



Analyse expérimentale et modélisation micromécaniques du comportement élastique et de l'endommagement de composites SiC/SiC unidirectionnels

Camille Chateau

► To cite this version:

Camille Chateau. Analyse expérimentale et modélisation micromécaniques du comportement élastique et de l'endommagement de composites SiC/SiC unidirectionnels. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole Polytechnique X, 2011. Français. NNT: . pastel-00656244

HAL Id: pastel-00656244

<https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00656244>

Submitted on 3 Jan 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE DE DOCTORAT DE L'ÉCOLE POLYTECHNIQUE

Spécialité : Mécanique

présentée par

Camille CHATEAU

Analyse expérimentale et modélisation micromécaniques du comportement élastique et de l'endommagement de composites SiC/SiC unidirectionnels

préparée

au SERVICE DE RECHERCHES MÉTALLURGIQUES APPLIQUÉES, CEA Saclay
et au LABORATOIRE DE MÉCANIQUE DES SOLIDES (CNRS UMR 7649)

Soutenue publiquement le 21 Octobre 2011 devant le jury composé de

François HILD	Président	ENS Cachan
Eric MAIRE	Rapporteur	INSA Lyon
Eric MARTIN	Rapporteur	Université de Bordeaux I
Etienne CASTELIER	Examineur	CEA Cadarache
Yann MONERIE	Examineur	IRSN
Lionel GÉLÉBART	Encadrant	CEA Saclay
Michel BORNERT	Co-directeur de thèse	Ecole des Ponts ParisTech
Jérôme CRÉPIN	Directeur de thèse	Mines de Paris ParisTech

Remerciements

Ces trois années ont été riches en rencontres et en expériences qui ont participé, de près ou de loin, à l'avancée de ces travaux.

Je tiens avant tout à remercier sincèrement mon équipe d'encadrants pour la confiance et l'autonomie qu'ils m'ont accordées. Un grand merci donc à Lionel GÉLÉBART, qui, en plus de conseils précieux, a su faire preuve d'une implication et d'une disponibilité sans faille (avec une mention spéciale pour les nombreuses relectures), à Michel BORNERT, dont les connaissances et la curiosité scientifiques m'étonneront toujours, et à Jérôme CRÉPIN, qui m'a constamment aidée à prendre du recul aussi bien sur ma thèse que sur mon parcours professionnel. Leur complémentarité et leur bonne entente m'ont permis d'évoluer dans un environnement de travail très agréable et motivant.

J'aimerais également remercier l'ensemble des membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont manifesté pour ces travaux et leurs questions et remarques constructives. J'exprime mes plus sincères remerciements aux Professeurs Eric MAIRE et Eric MARTIN pour le temps qu'ils ont consacré à rapporter ce manuscrit. Je remercie également François HILD pour m'avoir fait l'honneur de présider ce jury, ainsi que Yann MONERIE et Etienne CASTELIER pour avoir accepté d'y participer.

Ces travaux n'auraient bien sûr pas vu le jour sans le soutien de mes deux laboratoires de recherche, le Service de Recherche Métallurgiques Appliquées du CEA et le Laboratoire de Mécanique des Solides de l'Ecole Polytechnique. Je remercie donc Luc PARADIS, chef du SRMA, Laurence PORTIER, chef du LC2M ainsi que Bernard HALPHEN et son successeur Patrick LE TALLEC, directeurs du LMS, de m'y avoir accueillie.

Je tiens aussi à remercier les membres du SRMA comme du LMS qui m'ont aidée à mener les analyses expérimentales. Un très grand merci à Daniel CALDEMAISON pour, en plus de sa gentillesse et de sa bonne humeur, m'avoir appris à utiliser le MEB, et pour son aide précieuse avec la machine de traction in-situ. Merci également à Eva HÉRIPRÉ pour sa disponibilité. Merci à Cédric SAUDER, tout d'abord pour avoir fabriqué les minicomposites, mais aussi pour tous ses conseils sur les essais mécaniques et les SiC/SiC en général. Merci également à Stéphane URVOY et Didier BOSSU pour leur aide dans la préparation des échantillons.

J'en profite pour remercier Elodie BOLLER, Wolfgang LUDWIG et Max LANGER pour leur accueil à l'ESRF, le prêt de la machine de traction et leur aide indispensable pour les acquisitions en microtomographie et la reconstruction des images.

Je remercie également tout ceux qui, par leur amitié et leur bonne humeur m'ont permis d'évoluer dans un environnement plaisant et convivial. Merci particulièrement à mes collocataires (ou presque) de bureau, Antonin et Pierre-François, pour tous les bons moments que nous avons partagés autour du tableau ou d'un café/thé. J'ai aussi une pensée particulière pour France et Christian qui ont participé à la bonne ambiance de nos repas, et qui ont continué de nous soutenir à distance, et merci à Aurélien

qui a pris la suite. Merci aussi à Nathalie et Khadija qui m'ont toujours accueillie avec le sourire lors de mes virées au bâtiment 455. Et merci bien sûr aux thésards, stagiaires ou post-docs du SRMA, Léa, Louise, Daniel, Gwenaël, Jérémy, Charlotte, Emilien, Yang, Cyril, Claire, Rodrigo, Ronald, Nicolas ... ; comme du LMS (même si mes passages n'étaient pas assez fréquents ...), Raman (pensée spéciale pour nos pauses thé), Matthieu C., Martine, Linlin, Matthieu B., Eva, Albert, Eric, Cédric, Kerem, Marc ...

Pour finir, je remercie chaleureusement mes proches pour leur soutien infaillible. Merci aux *Zoulettes*, Audrey, Anne, Céline et Jasmine, pour nos *Zebar* indispensables à mon équilibre ; merci à Linda, Camille et Cécile pour ces bouffées d'oxygène bellegardien dans la jungle parisienne ; merci à David, support indéfectible qui a partagé mes états d'âme de thésard(e) ; et merci à Caro, toujours présente malgré la distance et à toute heure du jour ou de la nuit. Un grand merci à mes parents, grands-parents et frérots qui m'ont toujours soutenue et entourée. Merci enfin à Sébastien pour sa patience et dont la présence et les encouragements ont été une grande source de réconfort.

Table des matières

Introduction générale	1
Contexte	1
Un matériau multi-échelle	1
Comportement mécanique et modélisations	4
Objectifs et organisation	5
Chapitre I Modélisation du comportement élastique du toron	9

I.1	Caractérisation microstructurale	11
I.1.1	Analyse d'images MEB	11
I.1.2	Eléments de caractérisation de la microstructure	14
I.1.2.1	Descripteurs du premier ordre	14
I.1.2.2	Descripteurs du second ordre	15
I.1.3	Caractérisation des fibres	17
I.1.3.1	Diamètres et fractions surfaciques	17
I.1.3.2	Descripteurs du 1 ^{er} et du 2 nd ordre	18
I.1.4	Caractérisation de la porosité	21
I.2	Génération d'une microstructure virtuelle	23
I.2.1	Procédés de génération de microstructure	23
I.2.2	Description du procédé utilisé	25
I.2.3	Confrontation aux caractérisations expérimentales	29
I.2.3.1	Caractérisation de la distribution de fibres	29
I.2.3.2	Caractérisation de la porosité	31
I.3	Comportement élastique	33
I.3.1	Maillage et propriétés mécaniques des constituants	33
I.3.2	Détermination du comportement apparent et notion d'homogénéisation	34
I.3.2.1	Comportement apparent	34
I.3.2.2	Conditions aux limites	35
I.3.3	Fluctuations	39
I.3.4	Estimation du comportement homogène équivalent : sensibilité à la taille des VES	41
I.3.5	Résultats sur tous les coefficients du tenseur	44
I.3.6	Etude de la sensibilité aux caractéristiques de la porosité	49
I.3.6.1	Morphologie	49
I.3.6.2	Fraction volumique	53
I.3.7	Distribution des contraintes locales	56
I.3.7.1	Effets de la taille et des conditions aux limites	56

I.3.7.2	Effet de la fraction de porosité	58
I.4	Synthèse	61
Chapitre II	Caractérisation expérimentale de l'endommagement	63
II.1	Présentation du matériau étudié : le minicomposite	65
II.1.1	Aspects microstructuraux	65
II.1.2	Comportement mécanique	67
II.1.2.1	Essais de traction macroscopiques	67
II.1.2.2	Endommagement	67
II.2	Caractérisation tomographique	70
II.2.1	Protocole expérimental	70
II.2.2	Détection des phénomènes d'endommagement	73
II.2.2.1	Analyse des radiographies (obs. B et C)	73
II.2.2.2	Analyse des images de tomographie (obs. A)	73
II.2.3	Résultats des observations	77
II.2.3.1	Fissuration matricielle	77
II.2.3.2	Ruptures de fibre	82
II.3	Essais in-situ sous MEB	84
II.3.1	Procédures expérimentales	84
II.3.1.1	Montage de l'essai	84
II.3.1.2	Observation de la fissuration matricielle	86
II.3.2	Résultats	87
II.3.2.1	Comportement macroscopique	87
II.3.2.2	Position des fissures	88
II.3.2.3	Ouvertures de fissure	90
II.3.2.4	Limitations	94
II.4	Synthèse	95
Chapitre III	Modélisation de l'endommagement longitudinal et validation multi-échelle	97
III.1	Présentation du modèle	99
III.1.1	Cadre de l'étude	99
III.1.1.1	Comportement interfacial	99
III.1.1.2	Multifissuration matricielle	102
III.1.1.3	Rupture des fibres	103
III.1.2	Modèle utilisé	105
III.1.2.1	Hypothèses	106
III.1.2.2	Mise en œuvre numérique	113
III.1.2.3	Considérations numériques	119
III.2	Identification : fissuration matricielle	123
III.2.1	Paramètres initiaux	123
III.2.1.1	Paramètres géométriques et élastiques	123
III.2.1.2	Distribution des contraintes à rupture	123

III.2.1.3 Paramètres interfaciaux	124
III.2.2 Cas classique : énergie de décohésion interfaciale nulle	125
III.2.2.1 Effets de la contrainte de cisaillement interfacial à positions et paliers d'apparition des fissures fixés	125
III.2.2.2 Effets de la contrainte de cisaillement interfacial avec apparition aléa- toire des fissures	128
III.2.3 Identification à partir des ouvertures	129
III.2.4 Identification sur le modèle complet	132
III.2.5 Synthèse et validation	133
III.3 Identification : ruptures de fibre	135
III.3.1 Paramètres initiaux et module tangent	135
III.3.2 Contrainte de cisaillement interfacial	137
III.3.2.1 Effets de bords	137
III.3.2.2 Effets de la contrainte de cisaillement interfacial associée aux ruptures de fibre	139
III.3.2.3 Identification de la contrainte de cisaillement interfacial associée aux ruptures de fibre	140
III.3.3 Modifications envisagées	142
III.3.3.1 Distribution des contraintes à rupture	142
III.3.3.2 Partage de charge local	144
III.3.3.3 Ajout d'effets dynamiques	146
III.4 Synthèse : validation multi-échelle et limites du modèle final	152
III.4.1 Validation macroscopique	152
III.4.2 Validation microscopique	153
III.4.2.1 Fissuration matricielle	153
III.4.2.2 Ruptures de fibre	155
III.4.3 Limitations	157
III.4.4 Résumé	158
Conclusion générale et perspectives	159
Annexes	165
Références	185

Introduction générale

CONTEXTE

Déjà utilisés dans le secteur aéronautique, les composites à matrice céramique (CMC) présentent des propriétés intéressantes pour des applications dans le secteur nucléaire. En effet, les composites SiC/SiC sont envisagés comme matériau de gainage dans le cadre des études sur les réacteurs du futur (ou comme matériau de structure pour des applications de fusion). Les deux axes majeurs d'avancée technologique pour ces réacteurs sont l'augmentation des températures de fonctionnement, afin d'augmenter le rendement thermodynamique du réacteur, et l'utilisation d'un spectre de neutrons rapide, pour avoir une meilleure utilisation des ressources en Uranium et diminuer la radioactivité des déchets.

Un des systèmes innovants envisagés est le GFR (Gaz cooled Fast Reactor). Les températures de fonctionnement au cœur du réacteur (refroidissement à l'Helium) visées varient entre 500 °C et 1000 °C pour le fonctionnement nominal, et pourraient aller jusqu'à 1600 °C-2000 °C en situation accidentelle. Le carbure de silicium (SiC) présente une bonne stabilité en température mais également un bon comportement sous irradiation. Ce matériau a donc été retenu pour effectuer le gainage du combustible pour le GFR. Cependant, comme les autres céramiques, le SiC sous sa forme monolithique présente un caractère fragile inadmissible dans le cadre de la conception de la première barrière de sûreté que constitue le gainage du combustible. Toutefois, le matériau utilisé sous forme de composite perd ce caractère fragile et son utilisation est alors envisageable.

Compte-tenu des conditions d'utilisation envisagées très sévères, des travaux sont en cours, notamment au CEA, pour étudier par l'expérimentation et la modélisation le comportement des composites SiC/SiC en température [EY09], sous irradiation [Oza07] ou oxydation [Hun10]. Ces études reposent cependant sur le comportement mécanique en conditions normales (température ambiante et sans irradiation) qu'il est indispensable de comprendre et de pouvoir prévoir.

UN MATÉRIAU MULTI-ÉCHELLE

Constituants élémentaires

Les composites SiC/SiC sont constitués d'un renfort fibreux enrobé d'une matrice, tous deux à base de carbure de silicium. La liaison interfaciale entre les fibres et la matrice (on parle d'*interface* fibre/matrice) est optimisée grâce à un film mince interposé entre les deux constituants, l'*interphase*, qui agit comme un fusible mécanique. Deux vues permettant d'observer ces constituants au sein du composite sont présentées sur la figure 1.

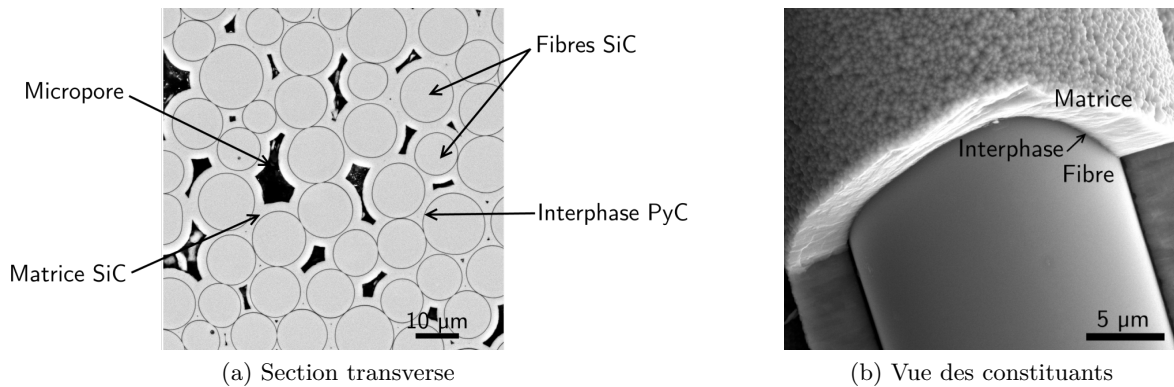


Figure 1 – Observations MEG-FEG de la microstructure de composites SiC/SiC

Le *renfort fibreux* considéré pour les applications nucléaires est constitué de fibres SiC de troisième génération : les fibres Hi-Nicalon de type S (Nippon Carbon) ou les fibres Tyranno SA3 (Ube Industrie). Les fibres de générations antérieures (Nicalon et Hi-Nicalon chez le fabricant Nippon Carbon), à partir desquelles la majorité des études sur les composites SiC/SiC ont été menées, présentent une bonne tenue mécanique (bonne rigidité, résistance à rupture élevée) jusqu'à des températures élevées. Leur caractère amorphe et leur composition présentant des impuretés est cependant à l'origine d'une dégradation importante de ces propriétés sous irradiation. Au contraire, les fibres de dernière génération présentent une composition quasi-stœchiométrique et sont fortement cristallisées, ce qui leur confère une meilleure stabilité sous irradiation et une meilleure résistance à l'oxydation [Pen02, Kaf06, Sau10]. Les composites réalisés à partir de fibres Tyranno SA3 présentent cependant des déformations à rupture deux fois plus faibles que ceux utilisant des fibres Hi-Nicalon S, à interphase équivalente. Cette limitation, attribuée à la surface trop rugueuse des fibres Tyranno SA3 [Sau10], est encore à l'étude à l'heure actuelle [Bue10]. Les fibres retenues dans le cadre de nos travaux sont donc les fibres *Hi-Nicalon S*.

La *matrice SiC* est issue d'une infiltration chimique en phase vapeur (Chemical Vapor Infiltration, CVI [Nas89]). Cette technique repose sur la réduction à basse pression d'un précurseur gazeux méthyl-trichlorosilane (MTS) en présence de H_2 à 1000 °C. Elle permet d'obtenir des matrices d'une grande pureté avec une composition proche de la stœchiométrie [Pen02]. Le dépôt de matrice se faisant par infiltration de gaz au sein de la porosité ouverte présente dans le matériau, ce procédé est à l'origine de la présence d'une *porosité résiduelle* à morphologie complexe (figure 1a) entre les dépôts matriciels.

L'*interphase*, fine couche de matière déposée à l'interface fibre/matrice, est un élément essentiel du comportement du composite. Elle doit en effet présenter les caractéristiques nécessaires pour pouvoir dévier les fissures matricielles et éviter qu'elles ne se propagent aux fibres, tout en assurant le transfert de charge entre fibres et matrice. Une liaison interfaciale trop forte rendra le comportement du composite fragile en ne permettant pas la déviation des fissures, et au contraire, une liaison trop faible limitera le transfert de charge entre fibres et matrice et diminuera donc la résistance à rupture. Elle peut enfin permettre de protéger les fibres de phénomènes d'oxydation. Différents matériaux peuvent être utilisés pour composer l'interphase (listés notamment dans [Pen02, Kaf06]). Le plus couramment utilisé est le pyrocarbone (PyC, dépôt de carbone dense issu d'un substrat de graphite traité à très haute température), notamment pour sa bonne compatibilité chimique avec le SiC (même aux hautes températures) et ses caractéristiques mécaniques permettant une bonne déviation des fissures. Les composites étudiés contiennent une interphase PyC d'une épaisseur de l'ordre de 100 nm déposée sur la préforme fibreuse par CVI.

Microstructure multi-échelle

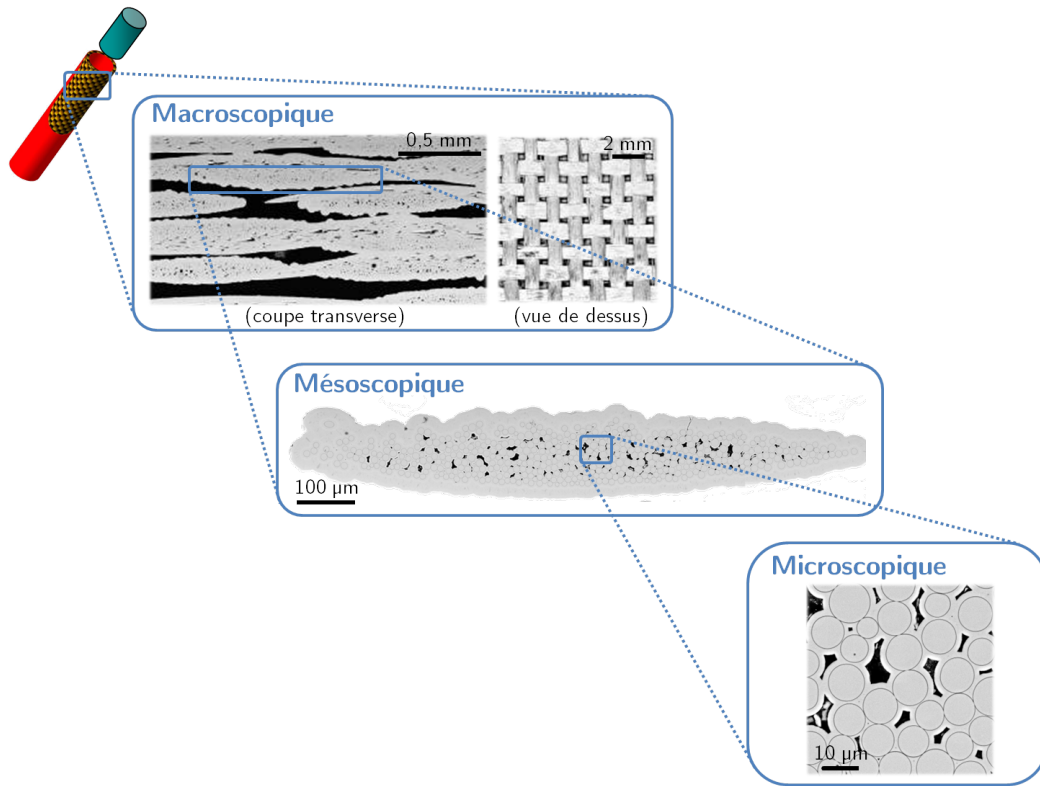


Figure 2 – Les différentes échelles des composites SiC/SiC

A terme, le composite devra être élaboré sous forme tubulaire pour assurer sa fonction de gainage du combustible dans les réacteurs du futur GFR. Nous nous intéressons ici à une étude du composite d'un point de vue plus du "matériau" que de la "structure" et l'étudions sous une forme simple de plaque.

Le renfort fibreux est constitué de *torons* (ou fils) contenant un grand nombre de fibres et tissés en deux dimensions (deux directions principales à 0-90°, voir figure 2). Plusieurs couches de tissage (ou plis) sont empilées avant d'infiltrer par CVI la fine couche d'interphase puis la matrice. Comme présenté sur la figure 2, l'architecture du renfort fibreux et le procédé de densification du composite sont à l'origine d'une microstructure, et en particulier d'une porosité résiduelle, très hétérogènes pouvant être décrites à différentes échelles :

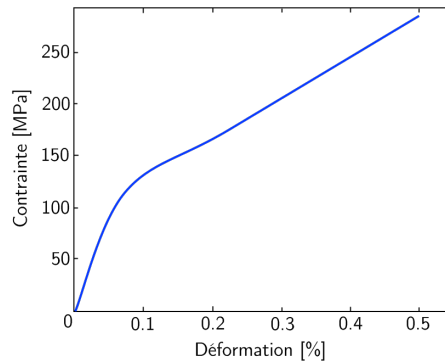
- l'échelle microscopique est celle des constituants où la porosité résiduelle (de l'ordre de 5 à 10%) est présente entre les fibres enrobées de matrice (micro-porosité).
- l'échelle mésoscopique est l'échelle intermédiaire du toron, rassemblant un grand nombre de fibres (et de micropores).
- l'échelle macroscopique est celle du composite tissé où la porosité résiduelle est également présente entre les torons (macro-porosité, de l'ordre de 25% [Gel10]).

Les travaux présentés concerneront uniquement le premier changement d'échelle des constituants au toron. Nous nous intéresserons donc à des composites unidirectionnels.

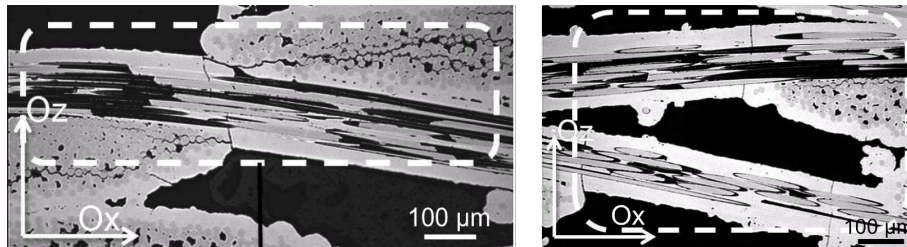
COMPORTEMENT MÉCANIQUE ET MODÉLISATIONS

Une telle microstructure et le comportement élastique fragile des constituants entraînent un comportement *élastique endommageable* du composite tissé soumis à une sollicitation uniaxiale (figure 3a). Ce comportement macroscopique est dû à une accumulation de phénomènes d'endommagement dont la description qualitative est aujourd'hui bien connue pour les composites CMC en général. Après une phase purement élastique, l'apparition de fissures matricielles inter- et intra-toron entraîne une forte non-linéarité de la courbe de comportement, associée à des décohésions des interfaces fibre/matrice endommagées. Lorsque la fissuration matricielle n'évolue plus (on parle de *saturation*), les fibres reprennent la majeure partie de la charge. Les fibres rompent ensuite individuellement juste avant la rupture ultime du composite. Pour les composites 2D, il est également probable qu'un mécanisme de délaminage soit à considérer.

Les phénomènes d'endommagement touchent les torons longitudinaux (parallèles à la direction de sollicitation) comme les torons transversaux (orthogonaux à la direction de sollicitation). Enfin, des chronologies d'apparition des fissures matricielles inter-toron, des torons longitudinaux et des torons transversaux ont été décrites [Gui96b, Plu96] dans des composites 2D à renfort fibreux de première génération (fibres Nicalon). Si de telles descriptions restent à confirmer pour des composites à renforts fibreux Hi-Nicalon S et/ou soumis à des chargements plus complexes, la présence de fissures inter-toron et intra-toron (transverses et longitudinales) a bien été mise en évidence par des observations après traction sur composite 2D [Bam08].



(a) Comportement macroscopique en traction dans une direction du tissage [Bam08]



(b) Observations post-mortem de fissures dans les torons longitudinaux (Ox) et transversaux (Oy) (microscope optique)

Figure 3 – Mise en évidence de l'endommagement dans les composites 2D SiC/SiC (fibres Hi-Nicalon S) [Bam08]

Ce comportement mécanique complexe, mêlant endommagement mais également forte anisotropie (initiale et induite), résulte de la microstructure hétérogène du composite. Comme la microstructure, l'endommagement est de plus de nature multi-échelle, les mécanismes élémentaires se produisant aux différentes échelles d'observation. Ainsi, afin de pouvoir prévoir un comportement mécanique directement lié aux caractéristiques microstructurales (répartition et propriétés des constituants), une modélisation multi-échelle est l'approche la plus pertinente.

Différentes modélisations et simulations numériques du comportement de ces matériaux ont été proposées, à différentes échelles (micro, méso ou macroscopique). Nous pouvons distinguer, en simplifiant, deux grands types de modélisation.

Les modèles *phénoménologiques* (ou macroscopiques) [Mai98, Cam00, Ism00, Cha02, Gen10] sont fondés sur la mécanique de l'endommagement (dans le cadre de la thermodynamique) et principalement utilisés pour décrire le comportement du matériau à l'échelle de la structure. Ils présentent l'avantage d'être utilisables dans un calcul de structure, mais ne rendent pas compte directement des effets de l'hétérogénéité et des phénomènes d'endommagement à l'échelle locale. Notons cependant la volonté actuelle d'intégrer des échelles plus fines dans des modèles de structure dans la logique d'approches multi-échelles [Cou08].

Les modèles *micromécaniques* permettent de compléter les modèles macroscopiques en tenant compte des hétérogénéités de contrainte à l'échelle microscopique [Axe95, Tri05, Vau11]. L'endommagement des CMC dans des modèles de ce type utilise généralement des approches statistiques-probabilistes [Cur91b, Lis97a, Cal98, Cas10, Pin10]. Ce type de modèle permet de bien déterminer la réponse du matériau à tout type de sollicitation, et peut être utilisé pour identifier certaines variables des modèles phénoménologiques.

L'étude du comportement mécanique du toron (1^{er} changement d'échelle) dans le cadre d'une logique multi-échelle nécessite de rendre compte de la microstructure hétérogène et des mécanismes d'endommagement présents à cette échelle (fissuration intra-fil, décohésions fibre/matrice, ruptures de fibre). L'utilisation d'une approche micromécanique est donc pertinente.

OBJECTIFS ET ORGANISATION

La problématique centrale motivant ces travaux de thèse consiste à *décrire le comportement macroscopique du toron en tenant compte de la répartition spatiale de ses constituants ainsi que des mécanismes d'endommagement activés à l'échelle locale (fissures matricielles, ruptures de fibre)*. Une telle modélisation permettrait d'optimiser la microstructure du composite en fonction du chargement mécanique souhaité, et de simuler la réponse du composite soumis à des sollicitations difficilement accessibles expérimentalement. La caractérisation et la prévision microscopique des mécanismes d'endommagement fourniraient de plus des grandeurs utiles (ouvertures de fissure, pas de fissuration) pour évaluer leurs effets sur les phénomènes d'oxydation [Hun10] ou d'échanges thermiques [EY09].

Nous nous attacherons à modéliser le *comportement élastique anisotrope* du toron, ainsi que son *endommagement pour une sollicitation dans le sens longitudinal*. Des estimations fiables de la modélisation reposent sur des étapes d'identification et de validation à l'échelle macroscopique comme à l'échelle microscopique et impliquent donc des caractérisations expérimentales fines de la microstructure et des phénomènes d'endommagement.

Ainsi, les objectifs de ces travaux sont articulés autour de phases d'analyses expérimentales :

- caractériser la répartition spatiale des constituants au sein du toron de manière à modéliser une microstructure virtuelle conforme au matériau réel ;
- caractériser les phénomènes d'endommagement (fissures matricielles et ruptures de fibre) d'un point de vue statistique et dans le volume ;

et de phases de modélisation :

- estimer le comportement élastique (macroscopique et local) du toron pour tout type de chargement en mettant en évidence les effets induits par des variations de porosité ;
- modéliser l'endommagement longitudinal à l'échelle du toron, en tenant compte des deux phénomènes d'endommagement, et en validant les estimations du modèle à l'échelle locale, en plus de l'échelle macroscopique.

L'étude du comportement élastique est réalisée sur le toron au sein du composite tissé. Afin de limiter les paramètres structuraux et les interactions entre les mécanismes, l'étude de l'endommagement est effectuée par l'intermédiaire de composites "modèles" : les *minicomposites* (composites unidirectionnels contenant un nombre de fibres équivalent à celui contenu dans un toron). Ce type de composite présente également l'avantage d'une fabrication plus simple et plus rapide qu'un composite tissé. Ils peuvent notamment être utilisés pour optimiser l'interface fibre/matrice [Mor97, Ber01, Sau10].

L'ensemble de ces travaux est présenté en trois parties, dont deux sont consacrées à l'étude de l'endommagement longitudinal :

- Le CHAPITRE I est consacré à l'étude du *comportement élastique du toron* par le biais de méthodes d'homogénéisation numériques. Après une caractérisation détaillée de la microstructure du toron au sein du composite tissé, un modèle de génération aléatoire de microstructure permet de construire un grand nombre de Volumes Élémentaires (VE) de différentes tailles. Le calcul du comportement apparent par éléments finis permet de discuter la notion de Volume Élémentaire Représentatif (VER). La mise en évidence d'une forte hétérogénéité des comportements apparents, pour des tailles de VE similaires à la taille du toron, soulève le problème de la séparabilité des échelles et de l'utilisation d'un comportement homogène à l'échelle du toron. Le comportement homogène équivalent est toutefois étudié et met en évidence une forte anisotropie induite par la géométrie particulière des pores intra-toron. La sensibilité à l'épaisseur de matrice, dont est déduite la porosité résiduelle, montre un effet important sur le comportement homogène équivalent, la fluctuation des comportements apparents et les hétérogénéités de contraintes locales.
- Le CHAPITRE II présente la *caractérisation expérimentale des mécanismes d'endommagement* (fissures matricielles et ruptures de fibre) dans des minicomposites. Cette caractérisation, nécessaire pour valider un modèle d'endommagement à l'échelle microscopique, est issue d'essais in-situ originaux en Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et microtomographie X. Des essais de traction in-situ en MEB donnent des informations sur la chronologie d'apparition des fissures matricielles, leur répartition spatiale et permettent de suivre l'évolution de leur ouverture. Ces essais permettent d'obtenir des données statistiques sur la fissuration en fonction du chargement mais sont limités à une observation surfacique. Par conséquent, ces observations sont complétées par des images 3D à haute résolution d'une portion de minicomposite à différents niveaux de chargement, obtenues en utilisant la source synchrotron de rayons X de l'ESRF

(European Synchrotron Radiation Facility). Ces observations dans le volume permettent de caractériser la morphologie et la propagation des fissures au sein du minicomposite. Parallèlement, les densités de ruptures de fibre sont caractérisées grâce à des radiographies de l'éprouvette.

- Le CHAPITRE III expose le développement et l'identification d'un *modèle statistique 1D d'endommagement*. Il s'appuie sur les distributions statistiques des contraintes à rupture de la matrice et des fibres (évaluées expérimentalement), chaque rupture (fissure matricielle ou rupture de fibre) entraînant une redistribution linéaire des contraintes dans la matrice et les fibres non endommagées. L'approche numérique retenue, fondée sur des hypothèses de modèles statistiques existants, permet de rendre compte des fissures matricielles et des ruptures de fibre en un unique modèle en limitant les approximations inhérentes aux approches analytiques. L'identification des paramètres interfaciaux est effectuée sur la réponse macroscopique du minicomposite et l'évolution microscopique des mécanismes d'endommagement observées au chapitre II. Cette identification est effectuée en deux temps, puisque la multifissuration matricielle apparaît majoritairement avant et indépendamment de la rupture des fibres. Si un bon accord entre modélisation et expérience, et ce aux deux échelles d'observation, existe en ce qui concerne la fissuration matricielle, il est nécessaire d'apporter des modifications aux hypothèses classiques pour obtenir un comportement à rupture correct.

Modélisation du comportement élastique du toron

Ce chapitre porte sur le comportement élastique du toron en proposant une modélisation par homogénéisation numérique. Le modèle repose sur une caractérisation microstructurale fine, qui met en évidence la complexité de la microstructure du toron et notamment la forte anisotropie induite par la porosité résiduelle. La géométrie spécifique de cette porosité n'est pas sans conséquences sur les propriétés mécaniques du toron, le modèle doit la reproduire correctement. Une microstructure virtuelle est donc générée en s'appuyant sur les observations expérimentales. Une telle approche permet de multiplier facilement les réalisations afin d'obtenir des résultats statistiques et d'estimer les effets de variations de paramètres microstructuraux (propriétés des constituants par exemple).

L'étude du comportement mécanique de cette microstructure met non seulement en évidence la forte anisotropie, mais aussi d'importants problèmes de séparabilité des échelles induits par la porosité résiduelle. Un volume élémentaire représentatif (VER) ne peut pas être défini au sens strict du terme pour le toron avec une telle microstructure. Une estimation du comportement homogène équivalent est cependant proposée en première approximation, en étudiant le comportement moyen d'un grand nombre de volumes élémentaires statistiques (VES) plus petits que le VER. Il est de plus montré que ces phénomènes (anisotropie et séparabilité des échelles) sont fortement liés à la géométrie spécifique des pores et que de faibles variations d'épaisseur de matrice ont un impact non négligeable sur le comportement du toron.

Pour terminer, nous vérifierons que la méthode utilisée pour estimer le comportement homogène équivalent permet de déterminer les distributions de contrainte locale sans effet notable de taille ou de conditions aux limites. La connaissance des champs locaux de contrainte est en effet essentielle puisque l'endommagement transverse est initié par des ruptures matricielles. De plus, comme pour le comportement moyen du toron, le fort impact de la fraction de porosité sur les distributions de contrainte sera mis en évidence.

Sommaire

I.1	Caractérisation microstructurale	11
I.1.1	Analyse d'images MEB	11
I.1.2	Eléments de caractérisation de la microstructure	14
I.1.2.1	Descripteurs du premier ordre	14
I.1.2.2	Descripteurs du second ordre	15
I.1.3	Caractérisation des fibres	17
I.1.3.1	Diamètres et fractions surfaciques	17
I.1.3.2	Descripteurs du 1 ^{er} et du 2 nd ordre	18
I.1.4	Caractérisation de la porosité	21
I.2	Génération d'une microstructure virtuelle	23
I.2.1	Procédés de génération de microstructure	23
I.2.2	Description du procédé utilisé	25
I.2.3	Confrontation aux caractérisations expérimentales	29
I.2.3.1	Caractérisation de la distribution de fibres	29
I.2.3.2	Caractérisation de la porosité	31
I.3	Comportement élastique	33
I.3.1	Maillage et propriétés mécaniques des constituants	33
I.3.2	Détermination du comportement apparent et notion d'homogénéisation	34
I.3.2.1	Comportement apparent	34
I.3.2.2	Conditions aux limites	35
I.3.3	Fluctuations	39
I.3.4	Estimation du comportement homogène équivalent : sensibilité à la taille des VES	41
I.3.5	Résultats sur tous les coefficients du tenseur	44
I.3.6	Etude de la sensibilité aux caractéristiques de la porosité	49
I.3.6.1	Morphologie	49
I.3.6.2	Fraction volumique	53
I.3.7	Distribution des contraintes locales	56
I.3.7.1	Effets de la taille et des conditions aux limites	56
I.3.7.2	Effet de la fraction de porosité	58
I.4	Synthèse	61

I.1 CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE

La caractérisation microstructurale est la première étape du changement d'échelle : il est en effet nécessaire de caractériser précisément la microstructure pour ensuite simuler un matériau virtuel le plus fidèle possible. Cette caractérisation est d'autant plus nécessaire qu'il a été montré que la géométrie de la porosité résiduelle joue un rôle important dans le comportement du composite [Gel09]. La caractérisation est menée à partir d'analyses d'images de torons obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB). Des traitements spéciaux sont mis en place pour extraire des informations sur les fibres et la porosité, pour ensuite les caractériser dans leur globalité (fractions surfaciques) dans un premier temps et avec des descripteurs plus précis dans un deuxième temps (arrangement des fibres, distribution de tailles de pore).

I.1.1 Analyse d'images MEB

Afin d'obtenir une microstructure virtuelle représentant au mieux le matériau réel, une caractérisation fine de la microstructure du toron est nécessaire. Elle s'appuie sur l'analyse d'images acquises au MEB-FEG (au LMS de l'Ecole Polytechnique). L'échantillon observé est issu d'un matériau composite 2D tissé (0-90°), fourni par SPS (Snecma Propulsion Solide), composé de 13 couches tissées. C'est un matériau composite de 3^e génération constitué de fibres Hi-Nicalon S, d'une interphase PyC (épaisseur 100 nm) et d'une matrice SiC déposée par CVI.

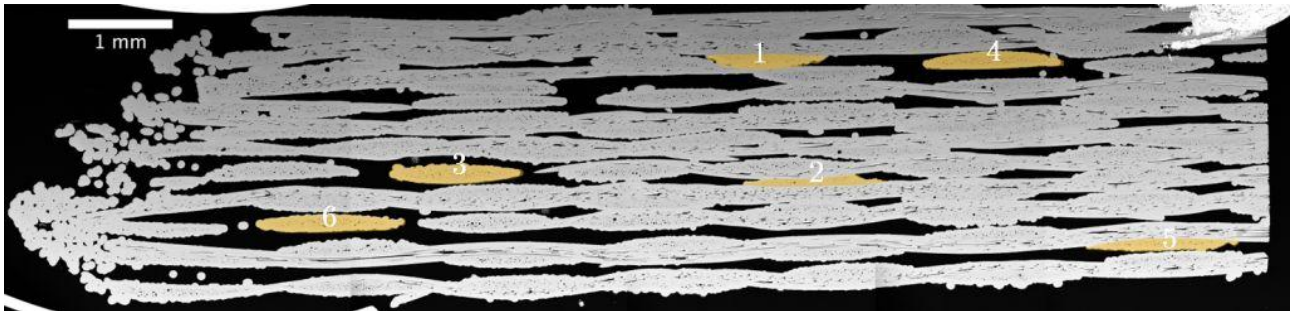


Figure I.1 – Torons sélectionnés au sein de la section transverse de l'échantillon observé

Les images retenues pour l'analyse sont issues d'une détection des électrons rétrodiffusés (détection de variation de numéro atomique). En effet, la forte énergie transportée par les électrons rétrodiffusés permet de s'affranchir d'effets de charges dus à la présence de particules non conductrices dans certains pores. La surface d'observation étant plane, le contraste de numéro atomique suffit à distinguer précisément les différents constituants grâce à l'interphase de PyC.

Six torons transversaux sont choisis aléatoirement dans l'échantillon présenté sur la figure I.1 pour obtenir des données statistiques sur la microstructure du toron. Il est nécessaire, afin d'avoir une résolution suffisante pour effectuer une analyse d'images précise, de décomposer chaque toron en plusieurs images de haute résolution (4096x3773 pixels, soit 1 pixel \approx 0,07 μ m) qui sont ensuite rassemblées en une seule.

Les images ainsi obtenues sont traitées par analyse d'images afin d'obtenir des informations caractéristiques sur la répartition des fibres et de la porosité. Les traitements mis en place permettent, par l'intermédiaire d'opérations morphologiques sur les images seuillées (voir annexe A), d'extraire de chaque toron l'ensemble des fibres et l'ensemble des pores (figure I.2). On obtient ainsi pour chaque fibre et chaque pore sa position dans l'image et sa surface.

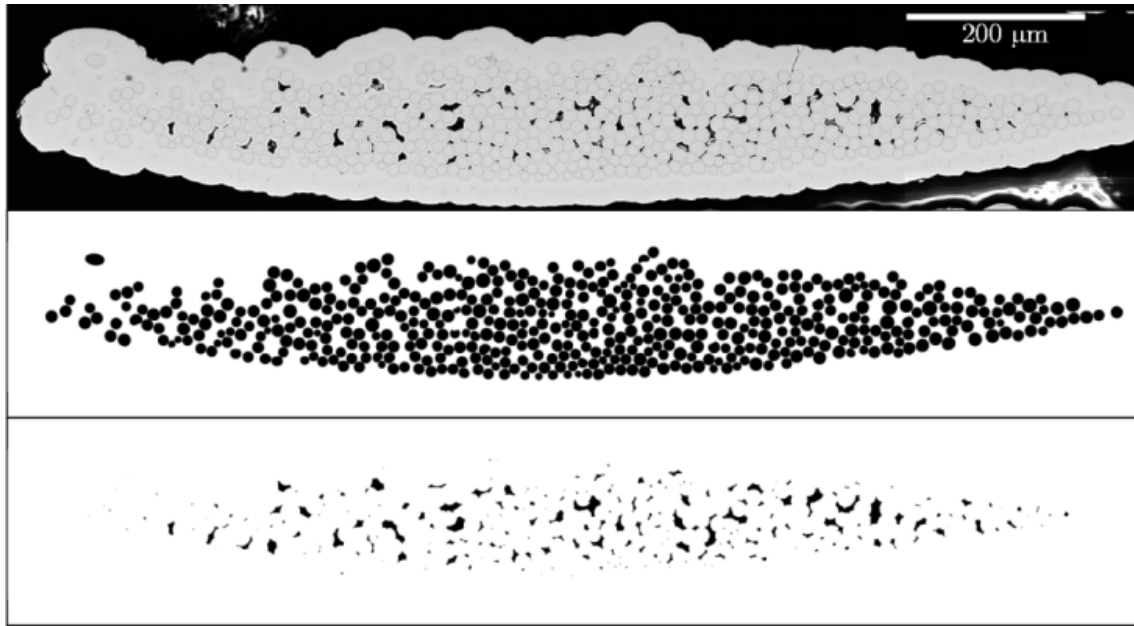
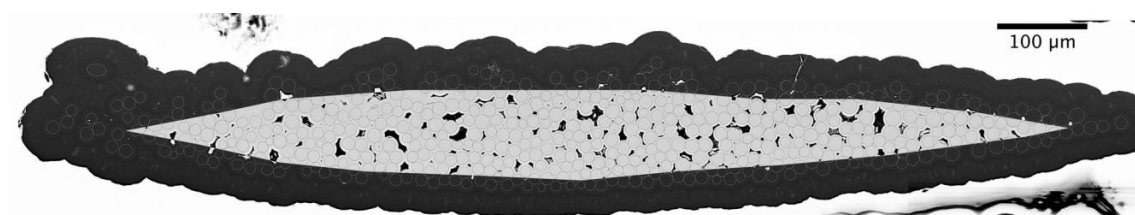


Figure I.2 – Image d'un toron (toron 3) et résultats de son analyse ne contenant que les fibres ou que les pores

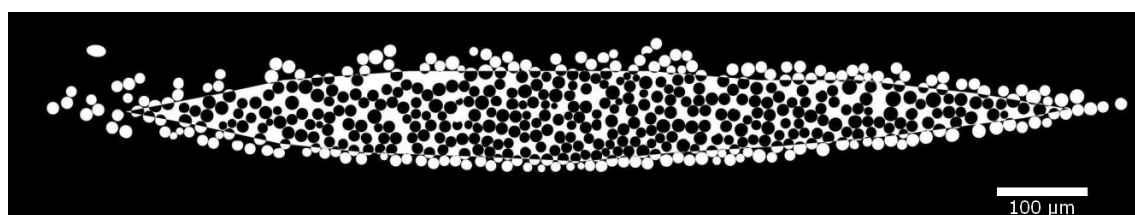
Les observations des torons mettent en évidence (figure I.2 et annexe B.1) une différence marquée entre la zone périphérique et la zone à cœur du toron. Nous observons en effet une épaisse couche de matrice sur la totalité ou une partie du pourtour du toron (pour les torons en contact avec des torons longitudinaux, comme les torons 1, 2 et 5), correspondant au dernier dépôt de matrice densifiant le composite. Cette zone presque exclusivement composée de matrice n'est pratiquement pas poreuse contrairement à la zone à cœur où le dépôt de matrice est beaucoup plus fin (de l'ordre de 3 μm en moyenne), et donc la porosité résiduelle relativement importante. Il est alors nécessaire de distinguer la zone à cœur. La zone périphérique pourra être modélisée comme une "gaine" homogène (puisque les caractéristiques élastiques des fibres et de la matrice sont proches) autour de la zone à cœur. La caractérisation et la modélisation concerneront donc cette zone centrale qui présente une microstructure complexe, susceptible d'introduire une importante anisotropie du toron.

La figure I.3 présente la zone sélectionnée¹ pour effectuer la caractérisation microstructurale de la zone à cœur du toron. Les sélections retenues pour chaque toron sont regroupées en annexe B.

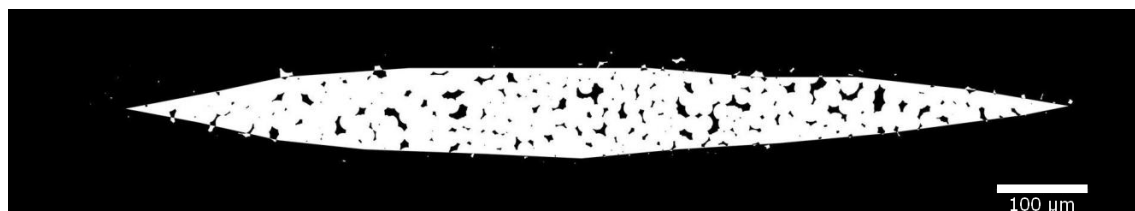
1. Une première étude a été réalisée [Cha08, Cha10] en sélectionnant cette zone en suivant le contour du premier dépôt de matrice autour des fibres situées en périphérie et qui contient donc toutes les fibres entières.



(a) Zone analysée du toron 3



(b) Réduction de l'extraction des fibre



(c) Réduction de l'extraction de la porosité

Figure I.3 – Zones à coeur sélectionnées pour effectuer l'analyse microstructurale (les fibres et les pores appartenant à la zone d'analyse sont représentés en noir)

I.1.2 Éléments de caractérisation de la microstructure

Dans le but de comparer ultérieurement la microstructure virtuelle aux observations expérimentales, il est nécessaire de recourir à certains descripteurs pour décrire l'arrangement spatial des constituants. Nous nous intéressons particulièrement aux fibres et à la porosité résiduelle. En effet, il a été montré par différents auteurs que la distribution statistique des fibres peut avoir un impact sur les champs de contrainte et de déformation dans les composites à fibres longues (par exemple [Pyr94b, Pyr94a, Mat03]). Dans le cas des composites SiC/SiC fabriqués par CVI, la répartition des fibres a un effet direct sur la répartition de la porosité qui est assez importante. Il est donc d'autant plus nécessaire de bien représenter l'arrangement des fibres afin de rendre compte au mieux du comportement mécanique moyen ainsi que des hétérogénéités de contrainte locale. Il existe différents descripteurs permettant de caractériser des distributions de points et donc l'arrangement des fibres, utilisés par exemple par VAUGHAN et al. [Vau10] pour comparer une microstructure virtuelle à la microstructure réelle dans des composites stratifiés. MELRO et al. [Mel08] présentent une bonne synthèse de ces descripteurs, dont les définitions sont rappelées ci-après. La distribution spatiale des fibres ne présentant pas d'anisotropie évidente, les descripteurs utilisés sont isotropes.

I.1.2.1 Descripteurs du premier ordre

Les descripteurs du premier ordre s'appuient sur la tessellation de Voronoï (ou de Dirichlet) réalisée sur les centres des fibres de la zone à caractériser. A chaque centre est alors associée une sous-zone formée par l'ensemble des points les plus proches du centre donné. Ces sous-zones sont appelées polygones ou cellules de Voronoï (figure I.4).

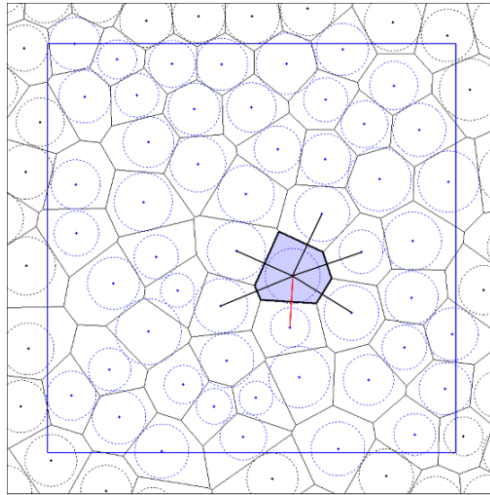


Figure I.4 – Cellules de Voronoï correspondant à une distribution de fibres de diamètres variables (avec en bleu les N fibres caractérisées sur la zone d'étude A délimitée en bleu, en rouge la distance au plus proche voisin, centre à centre, d'une fibre)

Le premier descripteur est constitué des *aires des cellules de Voronoï*, et plus particulièrement de l'écart type de ces aires qui permet de caractériser le caractère aléatoire d'une distribution de points. En effet, une distribution régulière de points est caractérisée par un écart type nul puisque toutes les cellules de Voronoï sont identiques [Mel08, Mat03]. Ce descripteur peut être ramené à la taille des fibres en calculant la *fraction surfacique locale*, définie comme la rapport entre la surface de la fibre et la cellule de Voronoï correspondante [Gho97a].

Les cellules de Voronoï permettent également de définir les distances aux voisins. Un point est considéré comme voisin si sa cellule de Voronoï partage un côté avec celle du point considéré (figure I.4). Notons qu'afin d'éviter des effets de bord, pour les points situés à la périphérie de la zone d'analyse, tous les voisins sont pris en compte, y compris ceux situés à l'extérieur de cette zone. La *distance aux voisins* est définie par la moyenne des distances séparant chaque centre de fibre de ses centres voisins. Comme pour l'aire des cellules de Voronoï, l'écart type des distances aux voisins est nul pour une distribution régulière.

Enfin, la fonction de *distribution des distances au plus proche voisin* permet de caractériser les interactions entre fibres à faible distance. Cette fonction est obtenue en traçant la densité de probabilité de la distance d'un centre de fibre donné à son plus proche voisin [Oh06, Mel08, Pyr94b, Gho97b] (figure I.4). Les densités de probabilité peuvent également être utilisées pour caractériser plus précisément la distances aux voisins et la fraction surfacique locale.

Les distances aux voisins et au plus proche voisin peuvent être définies de centre à centre mais également de fibre à fibre. En effet, comme on peut l'observer sur la figure I.2, le diamètre des fibres est variable au sein du toron, les distances fibres à fibres ne sont donc pas directement déduites des distances centre à centre. Le plus proche voisin si l'on considère les distances centre à centre ne l'est par exemple pas forcément si l'on considère les distances fibre à fibre.

I.1.2.2 Descripteurs du second ordre

Les méthodes d'analyse du voisinage du premier ordre décrites précédemment ne permettent de décrire les interactions entre fibres qu'à courte distance. Les descripteurs du second ordre permettent d'analyser la distribution de fibres (ou de points) en fonction de la distance.

Il a été montré par PYRZ que la *fonction K de Ripley (second order intensity function)* est le descripteur donnant le plus d'informations sur les distributions de points [Pyr94b]. La fonction $K(r)$ est définie comme le nombre moyen de points contenus dans un cercle de rayon r centré sur un point de la distribution, divisé par la densité de points de la zone analysée (nombre de points par unité de surface). L'estimation de Ripley (équation (I.1) [Rip77]) prend en compte les effets de bord dus à un calcul sur une zone finie (les points situés à l'extérieur de la zone d'observation ne sont pas pris en compte mais font pourtant partie du voisinage de certains points à l'intérieur de cette zone).

$$K(r) = \frac{A}{N^2} \sum_{k=1}^N \frac{I_k(r)}{w_k} \quad (\text{I.1})$$

où

- A est la surface totale de la zone analysée ;
- N est le nombre total de points situés dans A ;
- $I_k(r)$ est le nombre de points contenus dans le cercle centré sur le point k et de rayon r (le centre étant exclu, figure I.5) ;
- w_k est la proportion de la circonférence du cercle incluse dans la surface d'étude A (figure I.5) ;
- $0 \leq r \leq 0.3\sqrt{A}$ (la restriction sur r est nécessaire car les corrections w_k peuvent devenir très petites quand r augmente, ce qui reviendrait à caractériser la distribution à une échelle similaire à la zone d'étude).

Cette estimation de la fonction K de Ripley (il existe plusieurs estimations pour corriger les effets de bords [AL01]) est facile à mettre en place et utilisée par différents auteurs pour caractériser des distributions de points [Pyr94b, Gho97a, Bur03, Mat03, Tri06b, Oh06, Mel08].

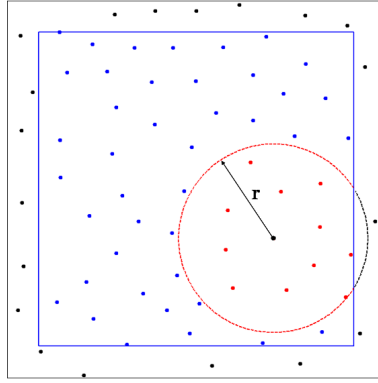


Figure I.5 – Estimation de la fonction $K(r)$ (avec $I_k(r) = 11$ en rouge, w_k est la proportion de la partie rouge du cercle par rapport à la circonférence totale)

La fonction $K(r)$ permet notamment de discriminer différents types de distributions de points, en les comparant à une distribution de Poisson (complètement aléatoire) dont la fonction $K(r)$ est donnée par l'équation (I.2). Par exemple, une distribution présentant des amas sera située au-dessus de la courbe de la distribution de Poisson, alors qu'une distribution régulière sera en-dessous [Pyr94b, Pyr94a, Mel08]. Cette fonction permet également de mettre en évidence des perturbations de la distribution à une échelle locale, ainsi que de distinguer des caractéristiques de la distribution à différentes échelles (des amas à grande échelle et un réseau régulier à une échelle plus fine par exemple).

$$K(r) = \pi r^2, \quad r > 0 \quad (\text{I.2})$$

La fonction de distribution radiale $g(r)$ (*radial distribution function* ou *pair distribution function*) est également couramment utilisée pour caractériser des distributions de points. Elle caractérise la probabilité de trouver un point à la distance r d'un point de référence, comparé à ce que serait cette probabilité dans une distribution totalement aléatoire. Le nombre moyen de points contenus dans un anneau de rayon interne r , d'épaisseur dr centré sur un point choisi aléatoirement dans la distribution est $\lambda g(r) 2\pi r dr$ [Tor98], $\lambda 2\pi r dr$ étant le nombre de points si la distribution était aléatoire (uniforme). La fonction $g(r)$ peut donc être définie par l'équation (I.3), [Mat03, Mel08].

$$g(r) = \frac{1}{2\pi r \lambda dr} \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N n_i(r) \quad (\text{I.3})$$

où

- N est le nombre total de points considérés ;
- λ est le nombre de points par unité de surface ;
- $n_i(r)$ est le nombre de points contenus dans l'anneau de rayon r , d'épaisseur dr et centré sur le point i (ou le centre de la fibre i).

On peut montrer que $g(r)$ dérive de $K(r)$ [Pyr94a]. Cette définition (équation (I.4)) permet de déduire $g(r)$ directement à partir de $K(r)$ et sera donc utilisée par la suite (comme dans [Gho97a, Seg02, Bur03, Oh06, Tri06a]).

$$g(r) = \frac{1}{2\pi r} \frac{dK(r)}{dr} \quad (\text{I.4})$$

Comme la fonction $K(r)$, $g(r)$ permet de situer la distribution de points par rapport à une distribution complètement aléatoire, $g(r)$ valant 1 pour une distribution de Poisson. Cependant, cette fonction donne des informations sur l'évolution de la densité de points en fonction de leur distance par rapport à un point quelconque de la distribution. Ainsi, si $g(r)$ prend des valeurs supérieures à 1 (maxima locaux), cela signifie que les distances r correspondantes sont plus représentées que dans une distribution complètement aléatoire (et inversement si $g(r)$ est inférieur à 1). La fonction $g(r)$ de toute distribution de points statistiquement homogène tend vers 1 en cas d'absence d'ordre à grande distance [Pyr94a].

La fonction $g(r)$ est liée à la fonction $K(r)$ mais permet de mettre en valeur des informations différentes, puisqu'elles concernent la fréquence d'apparition des distances entre particules, $K(r)$ permettant plutôt de distinguer différents types de distributions de points (régulières, amas, etc.).

Enfin, notons que la distance $g(r)$ définie ici ne permet de caractériser que les distances entre les centres des fibres. Les distances aux voisins prennent en compte un voisinage plus restreint mais permettent d'accéder aux distances entre fibres (qui diffèrent des distances entre centres si le diamètre des fibres est variable).

I.1.3 Caractérisation des fibres

I.1.3.1 Diamètres et fractions surfaciques

L'analyse d'images de torons (§I.1.1) permet d'obtenir la surface de chaque fibre. Certaines fibres n'étant pas parfaitement circulaires, le diamètre des fibres d_i^f est défini comme le diamètre du cercle ayant la même surface S_i^f que la fibre i considérée (équation (I.5)).

$$d_{f_i} = \sqrt{\frac{4S_{f_i}}{\pi}} \quad (\text{I.5})$$

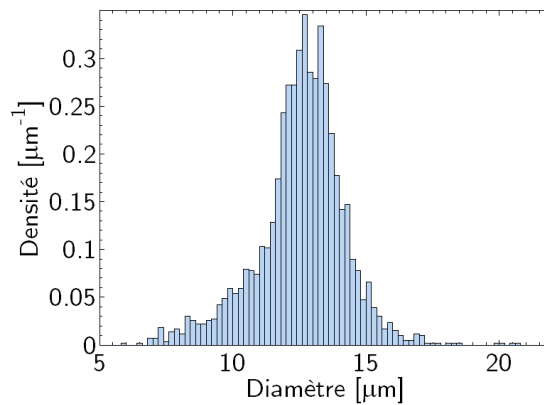


Figure I.6 – Histogramme normalisé des diamètres de fibre (les 6 torons analysés confondus, soit environ 3000 fibres)

Comme nous pouvons le constater sur la figure I.2, le diamètre des fibres n'est pas constant au sein du toron. La distribution des diamètres (définis par l'équation (I.5)) sur l'ensemble des six torons analysés (la totalité des fibres est prise en compte, soit environ 3 000 fibres) est représentée sur la

figure I.6. Les diamètres varient entre 6 μm et 21 μm autour d'une valeur moyenne de 12,6 μm . Le diamètre moyen ainsi obtenu est en accord avec celui donné par le fabricant (13 μm).

I.1.3.2 Descripteurs du 1^{er} et du 2nd ordre

Les fractions surfaciques de fibres f_f sont mesurées dans la zone à cœur définie précédemment (figure I.3) de chaque toron. Les résultats sont reportés dans le tableau I.1 : nous observons des fractions de fibre entre 59% et 70% autour d'une valeur moyenne de 63,5%. La densité moyenne λ de centres de fibre (rapport entre le nombre de centres N dans la zone et la surface totale) s'élève à 5 200 points par mm^2 .

Toron	N	λ [/ mm^2]	f_f [%]	f_p [%]	A_{Voronoi}		f_{locale}		d_{vois}		d_{ppvois}		d_{vois}^f		d_{ppvois}^f	
					[μm^2] MOY	[-] ETR	[%] MOY	[-] ETR	[μm] MOY	[-] ETR	[μm] MOY	[-] ETR	[μm] MOY	[-] ETR	[μm] MOY	[-] ETR
1	325	5400	64.5	6.07	188	0.26	65	0.21	14.9	0.14	12.3	0.10	2.55	0.62	0.45	0.74
2	307	5970	70.4	4.01	177	0.16	70	0.18	14.6	0.09	12.3	0.09	2.07	0.51	0.22	1.12
3	306	4530	59.2	7.99	224	0.22	60	0.23	16.4	0.12	12.7	0.09	3.58	0.49	0.27	1.35
4	317	5290	64.2	7.63	196	0.20	64	0.23	15.3	0.12	12.2	0.12	2.82	0.50	0.19	1.29
5	302	5380	67.8	5.54	188	0.21	68	0.20	14.9	0.10	12.5	0.09	2.25	0.61	0.25	1.17
6	315	4850	56.9	7.44	208	0.22	58	0.24	15.8	0.12	12.3	0.11	3.57	0.47	0.46	1.17
Tous	1872	5200	63.5	6.56	197	0.24	64	0.22	15.3	0.13	12.4	0.10	2.81	0.57	0.31	1.19

La moyenne MOY et l'écart type relatif ETR sont donnés pour chaque descripteur statistique, qui sont : l'aire des cellules de Voronoi A_{Voronoi} , la fraction surfacique locale f_{locale} , les distances aux voisins d_{vois} et au plus proche voisin d_{ppvois} , entre centres, et les distances aux voisins d_{vois}^f et au plus proche voisin d_{ppvois}^f , entre fibres.

Tableau I.1 – Données caractéristiques des distributions de fibres observées expérimentement

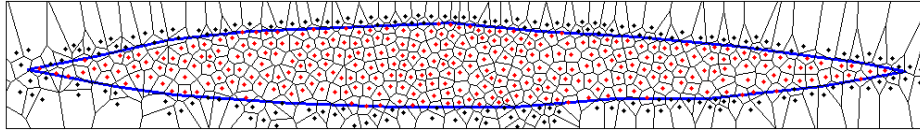


Figure I.7 – Exemple de la tessellation de Voronoi réalisée sur le toron 3 (les centres de fibre pris en compte dans l'analyse sont en rouge)

Les descripteurs statistiques présentés précédemment (§I.1.2) sont utilisés pour caractériser les distributions de fibres de chaque toron et pour l'ensemble des torons et pourront être utilisés pour valider le modèle de génération de microstructure utilisé par la suite. Les descripteurs relatifs aux cellules de Voronoi (1^{er} ordre) pour l'ensemble des torons sont calculés en concaténant les données issues de chaque toron. Les moyennes et écarts types relatifs (définis comme le rapport entre l'écart type et la valeur moyenne, également appelés coefficients de variation) sont rassemblés tableau I.1. La figure I.7 présente un exemple de tessellation de Voronoi, réalisée sur l'ensemble des fibres d'un toron. La sélection du contour de la zone d'analyse (utilisée également pour déterminer les fractions surfaciques §I.1.3.1) est réalisée manuellement en veillant à ne prendre en compte aucun centre dont la cellule de Voronoi est de surface infinie. De plus, cette précaution est nécessaire pour que tous les voisins des centres situés en périphérie de la zone soient pris en compte, pour ne pas créer d'effets de bords lors de l'estimation des descripteurs morphologiques (détermination des centres voisins).

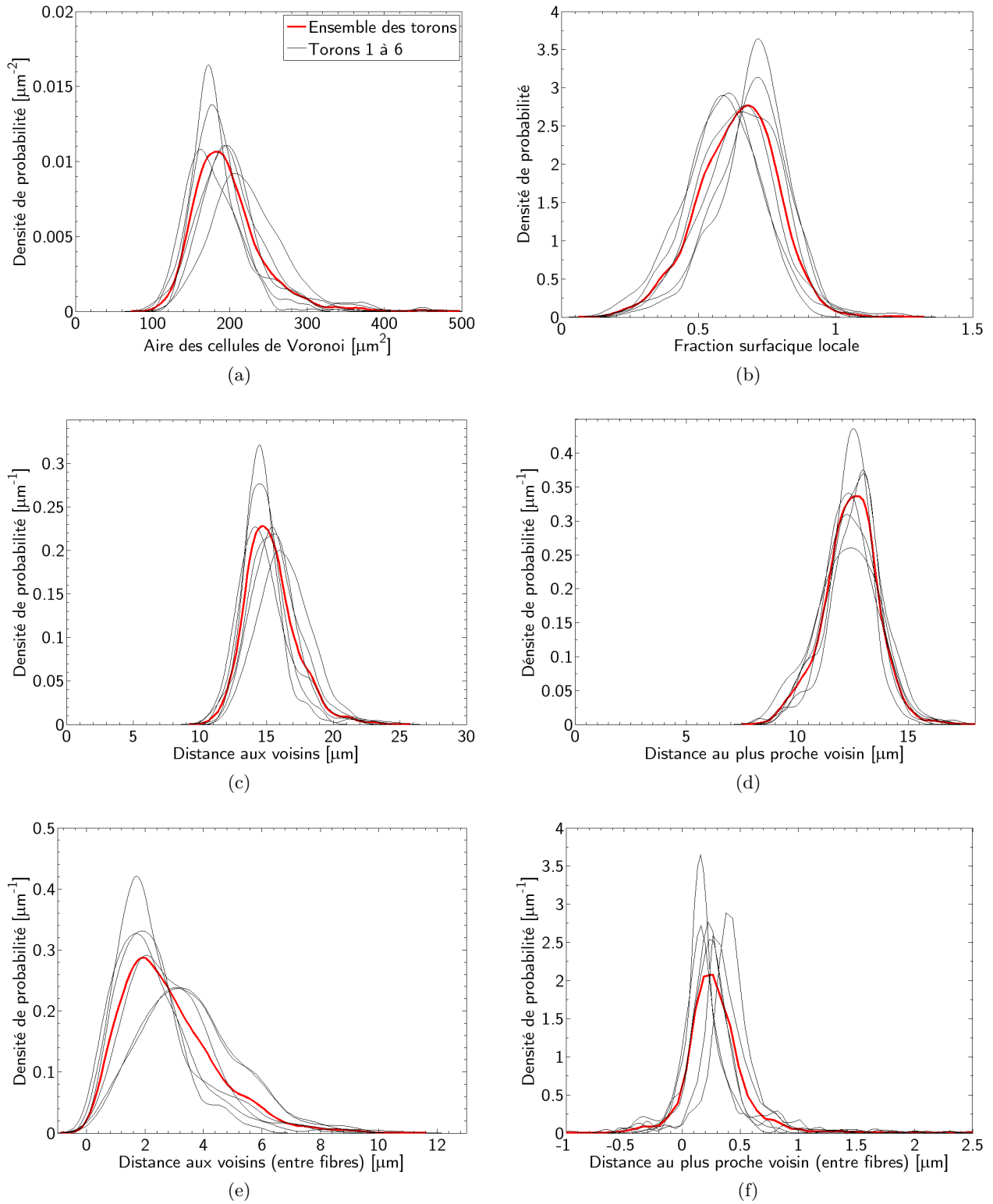


Figure I.8 – Densités de probabilités des descripteurs statistiques issus de la tessellation de Voronoi pour chaque toron et pour les six torons regroupés (la légende est identique pour toutes les figures). L'explication concernant $f_{locale} > 1$ et $d_{PPvois}^f < 0$ est fournie dans le corps du texte.

Nous observons une *dispersion des valeurs moyennes de chaque descripteur suivant le toron considéré*. De plus, l'écart type relatif, qui témoigne d'une distribution non régulière, est plus ou moins élevé en fonction du toron. Nous pouvons par exemple remarquer le toron 2 dont les écarts types relatifs des aires de cellules de Voronoi, de la fraction surfacique locale et de la distance aux voisins (centre à centre) sont plus faibles que les autres. Cela met en évidence un arrangement plus régulier, que l'on confirme en observant simplement l'image de ce toron (annexe B). Ceci est corrélé avec une fraction surfacique de fibres plus importante, laissant moins de liberté aux fibres dont la position est fortement bridée par le contact de ce toron avec deux torons longitudinaux. Les fibres sont plus compactées (distance au plus proche voisin entre fibres la plus faible).

Il faut également noter que, le diamètre des fibres étant variable, les conclusions concernant les distances aux voisins entre centres ne sont pas forcément les mêmes que pour les distances entre fibres. Si l'on considère les distances moyennes au plus proche voisin centre à centre, celle du toron 3 est plus importante que celle du toron 6 (respectivement $12,7\ \mu\text{m}$ et $12,3\ \mu\text{m}$), alors que pour les distances entre fibres la tendance est inversée (respectivement $0,27\ \mu\text{m}$ et $0,46\ \mu\text{m}$). Enfin, la distance moyenne au plus proche voisin entre centres est plus faible que le diamètre moyen des fibres.

Les densités de probabilité¹ (figure I.8) mettent en évidence cette dispersion d'un toron à l'autre et permettent d'avoir une information plus complète, notamment en ce qui concerne les distances aux voisins.

Remarque : On observe que certaines distances au plus proche voisin entre fibres peuvent être négatives. Ceci est dû à la définition de cette distance qui prend en compte le diamètre équivalent des fibres, qui peuvent être légèrement non-circulaires, et autorise donc les pénétrations entre fibres *i.e.* des distances négatives. Ce descripteur est un bon indicateur sur les distances entre fibres mais ne représente pas la distance réelle d'une fibre à l'autre. De même, il est possible d'obtenir des fractions surfaciques supérieures à 1 puisque la tessellation de Voronoi est réalisée sur les centres. Le diamètre des fibres n'étant pas constant, il est possible que l'aire de la cellule de Voronoi soit inférieure à celle de la fibre correspondante.

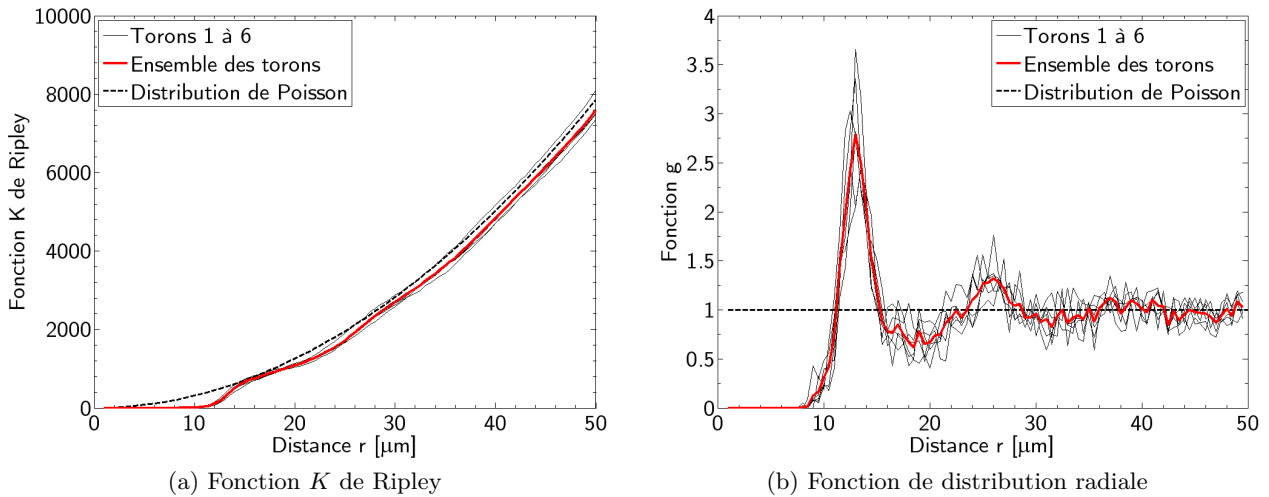


Figure I.9 – Descripteurs statistiques du second ordre

1. La densité de probabilité de l'échantillon de chaque population statistique est estimée en utilisant la méthode d'estimation par noyau, où la fonction noyau est une fonction gaussienne. L'estimateur est disponible dans MATLAB® avec la fonction *ksdensity* [Bow97].

Enfin, les descripteurs du 2nd ordre, $K(r)$ et $g(r)$, sont présentés sur la figure I.9, pour chacun des 6 torons et l'ensemble des torons (courbes moyennes). Les résultats sont comparés aux courbes théoriques d'une distribution de points complètement aléatoire (distribution de Poisson). Ainsi, nous n'observons pas de différence marquante entre les fonctions $K(r)$ des différents torons. Elles sont très proches de la fonction d'une distribution totalement aléatoire (un peu en-dessous pour tous les torons sauf le toron 1 qui se situe légèrement au-dessus). Toutes les fonctions $g(r)$ convergent vers 1, valeur de la fonction pour une distribution complètement aléatoire. Elles exhibent une distance entre centres d'environ 13 μm qui apparaît beaucoup plus fréquemment, cette valeur correspond au diamètre moyen des fibres. Chaque fonction présente également des oscillations décroissantes similaires autour de la valeur à convergence.

I.1.4 Caractérisation de la porosité

Les fractions surfaciques f_p de la zone à cœur de chaque toron sont regroupées dans le tableau I.1 : nous observons des fractions de porosité fluctuant entre 4% et 8% d'une valeur moyenne de 6,6%.

La porosité peut également être caractérisée plus finement en s'intéressant à la distribution des pores en terme de taille (surface). La figure I.10 présente l'histogramme normalisé (en nombre) des surfaces de pore pour chaque toron analysé et l'ensemble des torons (situés dans la zone à cœur). Nous observons que *la plupart des pores sont très petits*¹ ($<10 \mu\text{m}^2$).

Par contre, comme le montre la figure I.11, *la surface cumulée de ces petits pores ne représentent qu'une part minime de la surface totale de porosité*. Nous remarquons également une *importante dispersion entre les torons observés*, les torons 3 et 6 se démarquant (leur courbes sont en-dessous de la courbe moyenne) puisque les pores de taille importante ($>100 \mu\text{m}^2$) représentent une majeure partie de la surface poreuse (au moins 40%).

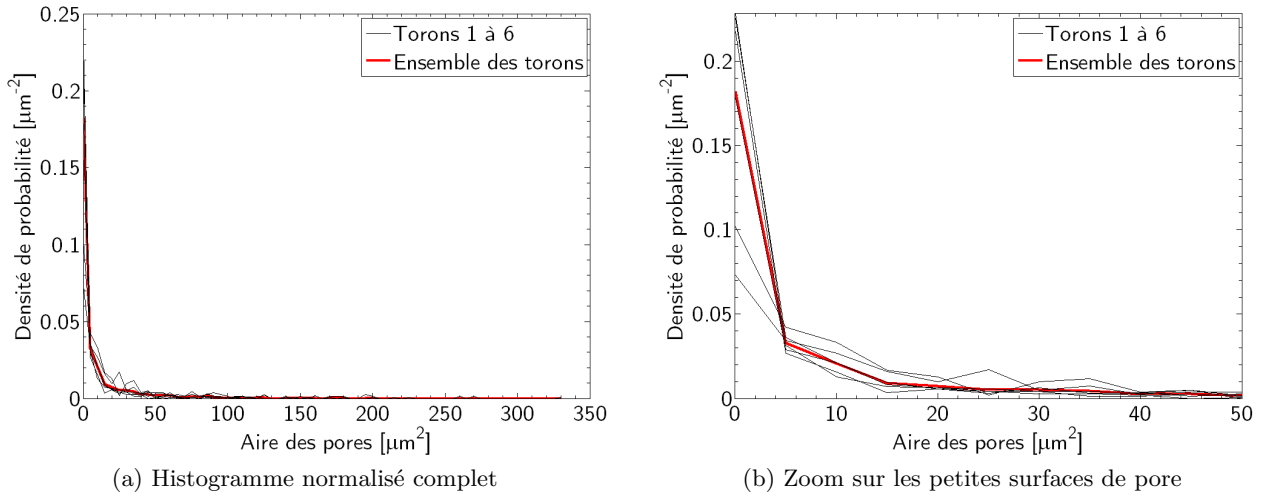


Figure I.10 – Distribution des aires de pore

1. La proportion de pores de très faible surface est plus faible pour deux torons (1 et 3), notamment parce que le procédé d'analyse d'images utilisé pour ces torons diffère de celui utilisé pour les quatre autres (voir détails annexe A). Si certains pores de très petite taille ont pu être omis, l'impact sur la distribution moyenne est très faible, voire inexistant si l'on considère l'évolution de la fraction surfacique cumulée.

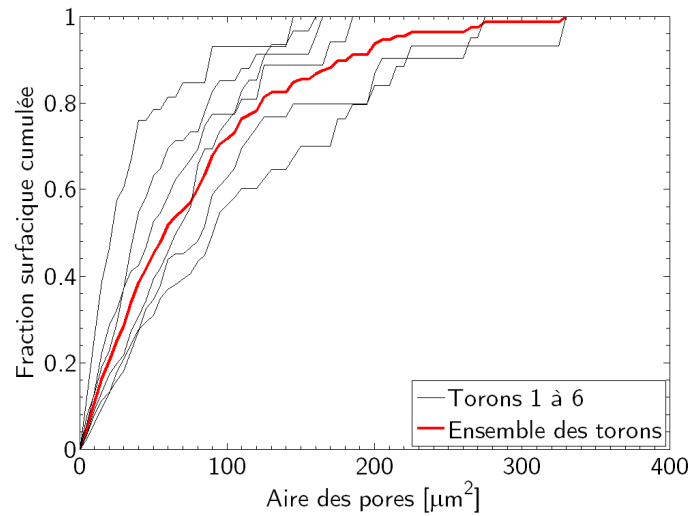


Figure I.11 – Fraction surfacique cumulée de porosité en fonction de la surface des pores (rapport entre la surface représentée par la totalité des pores dont l’aire est inférieure à une surface donnée et la surface totale de porosité)

Synthèse

Tous les descripteurs utilisés, que ce soient les fractions surfaciques ou les descripteurs statistiques montrent que *la caractérisation d’un toron ne suffit pas pour avoir une description représentative de la microstructure*. Il y a une forte hétérogénéité à l’intérieur d’un toron mais également d’un toron à l’autre, surtout si l’on considère la porosité résiduelle. On suppose pour la suite que l’analyse des six torons permet de rendre compte de ces hétérogénéités et les valeurs résultantes serviront de référence pour générer et confronter la microstructure virtuelle aux observations expérimentales.

I.2 GÉNÉRATION D'UNE MICROSTRUCTURE VIRTUELLE

Nous allons maintenant nous intéresser aux procédures utilisées pour générer la microstructure virtuelle en s'appuyant sur la caractérisation expérimentale présentée précédemment. Cette microstructure virtuelle nous permettra de réaliser une étude statistique du comportement mécanique du toron. Une telle approche donne également la possibilité d'accéder aux effets d'une variation de propriété d'un ou plusieurs constituants de la microstructure (l'épaisseur de matrice dans notre cas).

Nous pouvons distinguer deux approches dans la façon de générer les Volumes Élémentaires (VE) de cette microstructure virtuelle. La première, proposée par ZEMAN et al. [Zem01] et reprise par COUÉGNAT [Cou08], consiste à générer des VE de petite taille dont les fibres sont positionnées de façon à respecter un descripteur statistique de manière optimale (fonction K [Zem01] ou covariance [Cou08] par exemple) obtenu expérimentalement. Cette cellule de petite taille est censée rendre compte de l'hétérogénéité de la microstructure (plus grande) observée expérimentalement. Les fluctuations d'un volume à l'autre (propriétés microstructurales et mécaniques) sont donc moins marquées que celles observées entre VE "réels" de même taille. Même si le descripteur statistique utilisé contient des informations conséquentes sur l'arrangement de la microstructure, on ne peut par exemple pas rendre compte des fluctuations de fractions surfaciques de fibre entre VE puisque celle-ci est fixée et égale à la valeur moyenne mesurée. Les VE utilisés sont de plus périodisés, ce qui, sur des volumes de petite taille, diminue encore plus les fluctuations de microstructure au sein des VE.

L'autre approche, que nous avons choisie de suivre (également utilisée par KANIT et al. [Kan03]), utilise un modèle de génération de microstructure pour créer un grand nombre de VE, dont certaines caractéristiques microstructurales (la fraction surfacique de fibres par exemple) sont en accord, *en moyenne sur les VE*, avec les observations expérimentales. Cette méthode permet réellement de rendre compte de l'hétérogénéité qui existe *à l'intérieur* de la microstructure, d'un VE à l'autre, sans en diminuer le caractère aléatoire. Nous avons également choisi, toujours dans un souci de conservation du caractère aléatoire, de ne pas périodiser les VE.

Les deux approches présentent toutefois des avantages et inconvénients respectifs :

- La première approche sous-estime les fluctuations entre VE mais conduira à une convergence plus rapide des propriétés mécaniques.
- La seconde approche converge plus lentement mais permettra d'étudier les fluctuations de comportement d'un VE à l'autre et par conséquent la notion de VER mécanique.

I.2.1 Procédés de génération de microstructure

La génération de microstructures de matériaux hétérogènes, en particulier de composites, nécessite l'utilisation de modèles de génération aléatoire de particules (inclusions ou fibres par exemple). Cette étape est d'autant plus importante que l'arrangement des renforts du matériau peut notablement influencer les propriétés mécaniques du matériau. Plusieurs études, dont beaucoup sont réalisées dans le cadre de composites à renforts fibreux, mettent en œuvre et analysent différents modèles de génération aléatoire.

Le modèle d'Adsorption Séquentielle Aléatoire (*Random Sequential Adsorption*, RSA [Wid66, Fed80, Hin86]) est couramment utilisé et applicable à différents domaines et différentes géométries de particules. Dans le cas de la génération de disques dans un domaine à 2 dimensions, les centres des disques sont générés aléatoirement et séquentiellement. Chaque position n'est acceptée que si le disque considéré ne présente pas de chevauchement avec les disques précédemment placés. De nouvelles coordonnées sont aléatoirement générées tant que le disque n'est pas correctement positionné,

et une fois acceptée la position du disque est définitive. Ce modèle, également connu sous le nom de *hard-core model* est simple à mettre en œuvre mais présente une limitation importante puisqu'on ne peut générer de hautes fractions surfaciques de fibres [Bur03]. Il est montré en effet que pour des disques de diamètre constant la fraction limite moyenne est de 54,7% [Hin86, Rin97, Fed80].

Lors d'une première modélisation du toron (détaillée dans [Cha08, Cha10]), la fraction surfacique de fibres a été mesurée en prenant en compte la totalité du toron (sans la couche de matrice périphérique), menant à une fraction surfacique moyenne de 58%. Le modèle de génération de fibres RSA a alors été utilisé : en modélisant des fibres de diamètre variable il a été possible d'atteindre une fraction surfacique de fibres de 55%. La fraction manquante est comblée par la matrice, pour obtenir la bonne fraction de porosité (4% dans ce cas là). La zone d'étude du toron définitivement retenue (zone à cœur, voir figure I.3) présente une fraction de fibres plus importante (63,5%) et ne permet plus l'utilisation de ce modèle.

Il existe également des modèles qui définissent les positions des particules non pas de manière séquentielle mais en utilisant des méthodes de réarrangements collectifs. Ces techniques sont principalement utilisées dans le cadre de la génération d'empilements aléatoires compacts ou non tassés (*random close packing*, *random loose packing*). Ces modèles considèrent des distributions aléatoires de particules en contact avec leurs proches voisins. Ces dernières présentent un nombre de coordination (nombre de particules voisines en contact avec la particule considérée) maximal pour les empilements aléatoires compacts. Le principe commun aux différents modèles est la génération aléatoire initiale de *toutes* les positions des particules puis le réarrangement des particules pour supprimer les chevauchements. Différentes méthodes pour relocaliser les particules sont proposées dans la littérature [He99, Nol93, Yan96, Jod85] et sont parfois accompagnées de variations du diamètre des particules [Cla87].

De façon à générer des fractions volumiques supérieures à 55%, il existe différents modèles plus singuliers. WONGSTO et al. [Won05] génèrent par exemple une microstructure aléatoire par perturbation d'un arrangement parfaitement régulier des fibres (grille). Ce type de modèle permet d'obtenir des fractions surfaciques élevées mais paraît peu adapté pour des fibres à diamètre variable. Le modèle proposé par SEGURADO et al. [Seg02] qui mélange méthode RSA et réarrangement des fibres permet encore d'atteindre seulement 60% de fibres selon les auteurs. Le modèle de MELRO et al. [Mel08] réorganise également les fibres après l'utilisation de la méthode RSA, mais selon un algorithme complexe. Enfin, soulignons le modèle établi par VAUGHAN et al. [Vau10] qui suit une logique séquentielle (les fibres sont placées définitivement une à une) où les distances interfibres sont définies par les distributions aux 1^{er} et 2nd voisins estimées expérimentalement. Ce type d'algorithme présente l'avantage de prendre en compte directement la géométrie de la microstructure (arrangements de fibres, diamètres variables) et permet de générer des fractions surfaciques supérieures à la méthode RSA classique (60% dans le cas étudié dans [Vau10]). Les auteurs ne précisent cependant pas la fraction surfacique maximale qui peut être obtenue.

Nous avons préféré dans notre cas, comme TRIAS [Tri05], utiliser une méthode de réarrangement collectif dérivant de la génération d'empilements aléatoires compacts, relativement simple à mettre en œuvre et menant aux fractions surfaciques les plus élevées. Elles sont de plus déjà adaptées à la prise en compte de fibres de diamètre variable.

I.2.2 Description du procédé utilisé

Le procédé de génération aléatoire des centres de fibre est de type *arrangement* : toutes les positions initiales sont générées aléatoirement en même temps (distribution poissonnienne de densité λ_{exp}) puis les points sont déplacés jusqu'à respecter la condition de non-chevauchement entre fibres. Dans notre cas, les données d'entrée du modèle, issues des observations expérimentales, sont :

- la distribution de diamètres des fibres d_i^f : les diamètres sont définis en effectuant un tirage aléatoire dans la distribution de diamètres mesurés sur les six torons (environ 3000 fibres, figure I.6) ;
- la densité surfacique de centres de fibre ($\lambda_{exp} = 5200$ points/mm², tableau I.1) ;
- la taille des Volumes Élémentaires (VE) à générer (domaine carré A de côté L) ;
- une distance de répulsion entre fibres nulle : le contact entre fibres est autorisé.

Les techniques de réarrangements utilisées reprennent les principes de modèles utilisés dans le cadre de la génération d'empilements aléatoires compacts. La distribution de fibres dans le toron n'est pas un empilement aléatoire compact, cependant l'algorithme arrangeant les fibres entre elles utilise le modèle proposé par HE et al. [He99], également repris par TRIAS [Tri05] dans un contexte similaire.

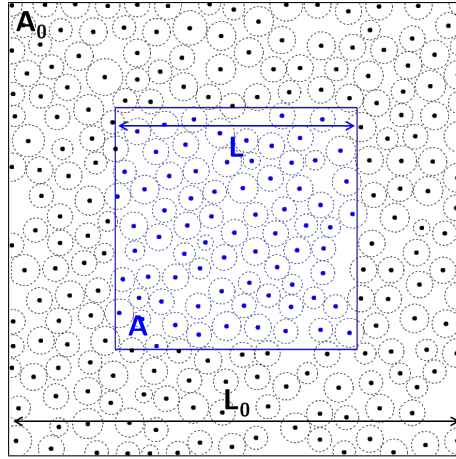


Figure I.12 – Zone de tirage

Le tirage des centres des fibres est effectué sur une zone A_0 de taille L_0 légèrement plus grande que le VE à générer ($L_0 = L + l_{bord}$, l_{bord} valant 10 fois le rayon maximum des fibres) de façon à éviter les éventuels effets de bord dus à la méthode d'arrangement des fibres (figure I.12). Définir une zone A_0 est également nécessaire pour pouvoir prendre en compte les fibres apparaissant dans le VE mais dont le centre n'appartient pas au domaine A . Le nombre de centres de fibre N à tirer dans la zone A_0 est supposé suivre une distribution de Poisson de paramètre λ_0 . La probabilité de trouver k fibres dans le domaine A_0 est donnée par l'équation (I.6).

$$P(N = k) = \frac{\lambda_0^k}{k!} e^{-\lambda_0}, \text{ où } \lambda_0 = \lambda_{exp} A_0 \quad (\text{I.6})$$

Les positions initiales X des N fibres (centres) sont générées aléatoirement en suivant une distribution uniforme dans le domaine A_0 . N diamètres d_i^f sont tirés aléatoirement dans la distribution observée expérimentalement et sont attribués (définitivement) à un point i .

Nous pouvons alors déterminer le taux de chevauchement C_{ij} entre deux fibres i et j de vecteurs position X_i et X_j par :

$$C_{ij} = \frac{D_{ij}^{min} - d_{ij}}{D_{ij}^{min}} \quad (I.7)$$

où

- d_{ij} est la distance séparant les deux centres des fibres i et j ;
- D_{ij}^{min} est la distance minimum admissible entre les deux centres. La distance de répulsion ϵ est théoriquement nulle entre deux fibres, mais pour éviter tout problème de maillage ultérieur, on définit $D_{ij}^{min} = d_i^f + d_j^f + \epsilon$ ($\epsilon = 0,05 \mu\text{m}$).

Il y a donc chevauchement entre deux fibres si C_{ij} est positif. On définit, pour chaque fibre i son taux de chevauchement C_i comme le taux de chevauchement maximum de la fibre i avec ses voisins j .

Le taux de chevauchement maximal C_{max} de l'ensemble des points est déterminé : tant que ce dernier est positif (avec une tolérance de 10^{-6}), nous effectuons une procédure d'arrangement sur l'ensemble des points (voir schéma explicatif figure I.13). Le taux de chevauchement C_i de chaque fibre est déterminé successivement. S'il est positif, le point i est repositionné afin de supprimer ou de réduire le taux de chevauchement. Cette procédure est appelée *relaxation*. La nouvelle position X_i^R de la fibre i chevauchant n_i particules j est donnée par l'équation (I.8), où X_{ji} est la nouvelle position i permettant de séparer les fibres i et j (équation (I.9)) [He99].

$$X_i^R = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} X_{ji} \quad (I.8)$$

$$X_{ji} = X_j + (X_i - X_j) \frac{D_{ij}^{min}}{d_{ij}} \quad (I.9)$$

Cette nouvelle position n'est acceptée que si le nouveau chevauchement créé est inférieur au chevauchement maximal C_{max} . On évite ainsi d'augmenter le chevauchement maximal et donc le risque de non-convergence [Cla87]. La position de la fibre i n'est pas modifiée si celle-ci ne présente aucun chevauchement [Yan96]. Chaque position de fibre est ainsi séquentiellement testée et réarrangée si nécessaire. Après chaque itération de cette étape d'arrangements, un petit mouvement aléatoire appelé *vibration* est appliqué aux fibres qui présentaient un taux de chevauchement positif et qui sont en contact avec trois fibres au plus. La nouvelle position X_i^V du point i est tirée aléatoirement dans une zone centrée sur X_i et de côté égal au dixième du diamètre moyen des fibres.

Il faut noter que les points sont bridés à l'intérieur du domaine A_0 : tout déplacement entraînant une nouvelle position du point à l'extérieur du domaine est annulé. De plus, afin de ne pas créer de biais lors de la phase d'arrangements, la séquence des points testée est modifiée de manière aléatoire après chaque itération. Enfin, afin d'améliorer le temps de calcul, une zone de voisinage est définie pour chaque centre de manière à ne pas avoir à tester tous les points. Cet algorithme (mis en œuvre dans MATLAB®) permet de générer des fractions surfaciques de fibres élevées et en un temps relativement court (par exemple, 47 secondes en moyenne pour un VE de $192 \mu\text{m}$ de côté et 64% de fibres *i.e.* 190 fibres en moyenne). L'algorithme proposé par HE et al. [He99] inclut également un rapprochement des particules à leur plus proche voisin si elles ne présentent pas de chevauchement. Cette étape nécessaire pour obtenir des fractions de fibres très élevées n'est pas retenue ici.

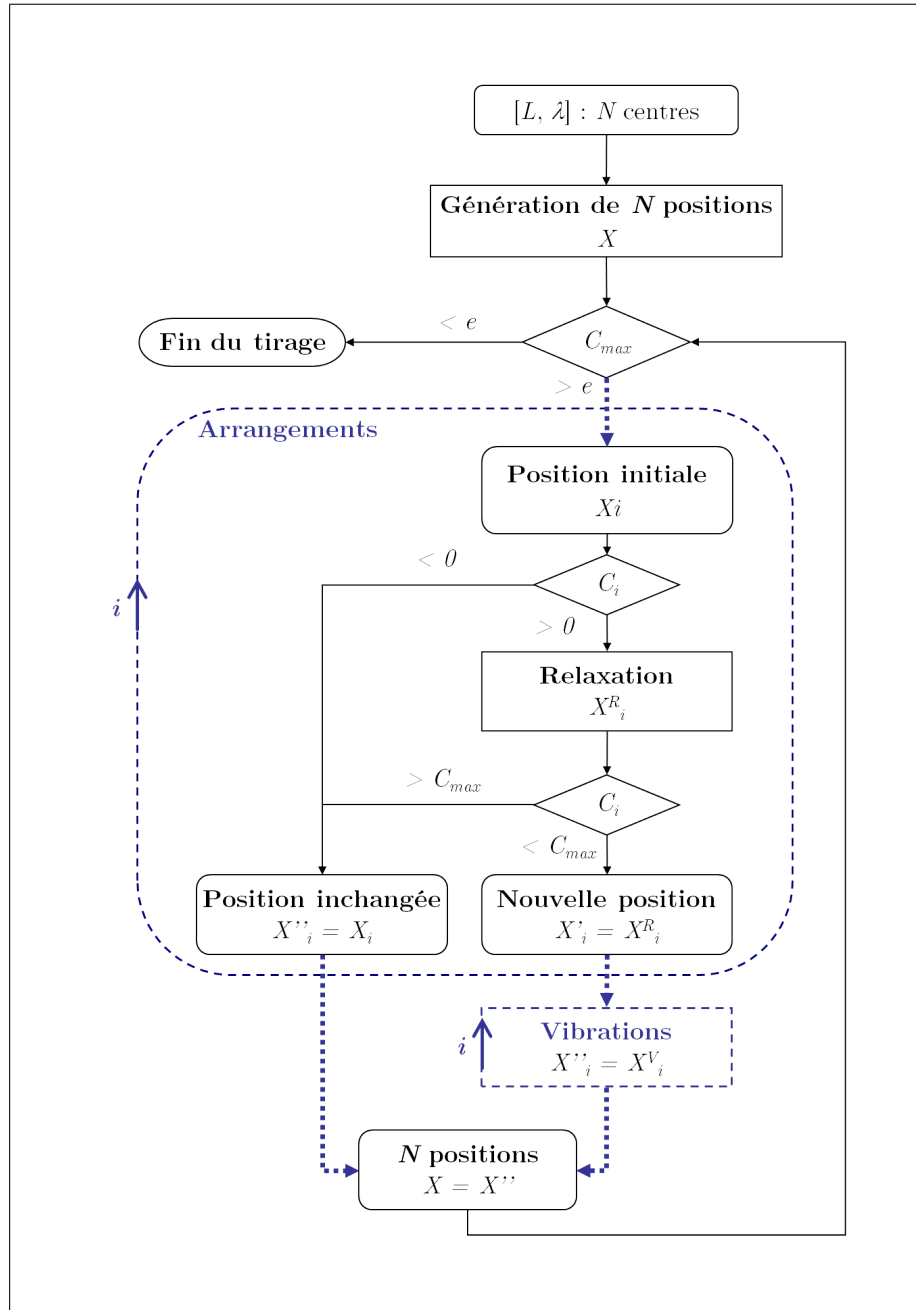


Figure I.13 – Schéma de l'algorithme utilisé pour générer la microstructure virtuelle

La géométrie de la microstructure est ensuite générée, à partir des positions et diamètres des fibres, grâce au module de CAO disponible dans la plateforme SALOME®. La matrice est construite en supposant une épaisseur constante dans toute la microstructure. Cette épaisseur est identifiée de manière à obtenir une fraction surfacique de porosité moyenne cohérente avec les observations (6,56%, voir §I.1.3.1). L'épaisseur optimisée, 2,05 μm , permet d'obtenir une fraction de porosité moyenne de 6,65%, en considérant 53 VE de 192 μm de côté, soit environ 10 000 fibres au total (voir tableau I.2). L'épaisseur déterminée est en adéquation avec les observations expérimentales (l'épaisseur de matrice pouvant toutefois varier entre 1 μm et 5 μm environ). La figure I.14 présente un exemple de VE obtenu après le tirage des positions des fibres et la génération de la géométrie, comparé à un VE "réel" de mêmes dimensions.

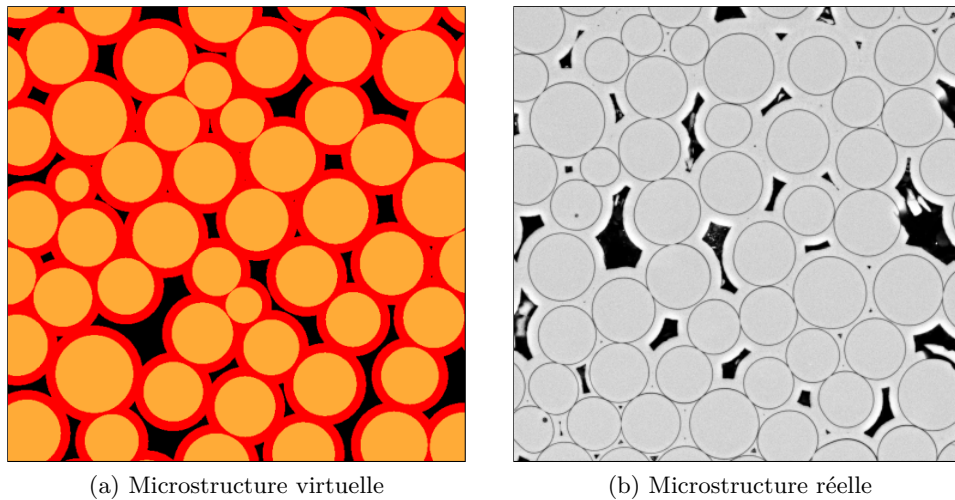


Figure I.14 – Comparaison d'un VE de la microstructure virtuelle générée aléatoirement à un VE de la microstructure réelle de même taille

I.2.3 Confrontation aux caractérisations expérimentales

Les caractérisations des distributions de fibres et de pores effectuées sur les observations expérimentales (§I.1.3 et I.1.4) ont été réalisées sur la microstructure simulée. De façon à obtenir des données représentatives, cette caractérisation a été effectuée sur 53 VE contenant en moyenne 190 fibres (192 μm de côté). Les données concernant les fibres sont directement extraites des résultats du tirage de points, alors que les données concernant la porosité sont issues d'opérations spécifiques lors de la construction de la géométrie au sein de la plateforme SALOME®.

I.2.3.1 Caractérisation de la distribution de fibres

	N	λ [μm^2]	f_f [%]	f_p [%]	A _{Voronoi}		f _{locale}		d _{vois}		d _{PPvois}		d _{vois} ^f		d _{PPvois} ^f	
					[μm^2] MOY	[-] ETR	[%] MOY	[-] ETR	[μm] MOY	[-] ETR	[μm] MOY	[-] ETR	[μm] MOY	[-] ETR	[μm] MOY	[-] ETR
Exp.	1858	5200	63.5	6.56	197	0.24	64	0.22	15.3	0.13	12.4	0.10	2.81	0.57	0.31	1.19
Sim.	9915	5080	63.8	6.65	198	0.15	64	0.20	15.4	0.09	12.7	0.10	2.80	0.36	0.44	1.23

Tableau I.2 – Données caractéristiques des distributions de fibres générées numériquement

Le tableau I.2 compare les résultats de la caractérisation des fibres (moyenne et écart type relatif des descripteurs du 1^{er} ordre) aux données issues de la caractérisation expérimentale. Nous pouvons tout d'abord vérifier que le procédé de génération des fibres permet d'obtenir une fraction surfacique de fibres et une densité surfacique de points moyennes en accord avec les observations. Comme nous le verrons §I.3.2, ces caractéristiques sont correctes pour des VE de différentes tailles, *la méthode de tirage des centres de fibre est donc validée*.

En considérant maintenant l'ensemble des descripteurs issus de la tessellation de Voronoi, nous pouvons constater une très bonne correspondance entre les valeurs moyennes des microstructures simulée et expérimentale et un assez bon accord sur les écarts types relatifs. Les écarts types relatifs des aires des cellules de Voronoi et des distances aux voisins de la microstructure virtuelle sont légèrement inférieurs à ceux de la microstructure réelle, témoignant probablement d'une distribution spatiale légèrement plus régulière.

Les densités de probabilité de ces descripteurs (figure I.15) confirment la bonne correspondance entre les deux microstructures. Les distributions qui correspondent le moins sont celles des distances aux voisins et plus proche voisin de fibre à fibre. En effet, l'interpénétration entre fibres étant impossible (interdite par le tirage des centres des fibres), nous n'observons pas de distances négatives¹ contrairement aux distributions de la microstructure réelle. De plus, ces distances caractérisent maintenant réellement les distances interfibres, les fibres étant parfaitement circulaires, contrairement aux distances définies pour la microstructure réelle. *Il est donc difficile de comparer précisément les distributions, mais nous pouvons observer une tendance globale relativement proche des observations expérimentales*.

Enfin, les descripteurs du 2nd ordre confirment ces conclusions puisque nous observons une *très bonne correspondance entre les fonctions $K(r)$ ainsi qu'entre les fonctions $g(r)$* (figure I.16). La fonction de distribution radiale de la microstructure virtuelle présente, comme pour les observations, un pic vers 13 μm . Les oscillations pour des distances plus importantes sont également semblables aux observations expérimentales.

1. voir remarque page 20

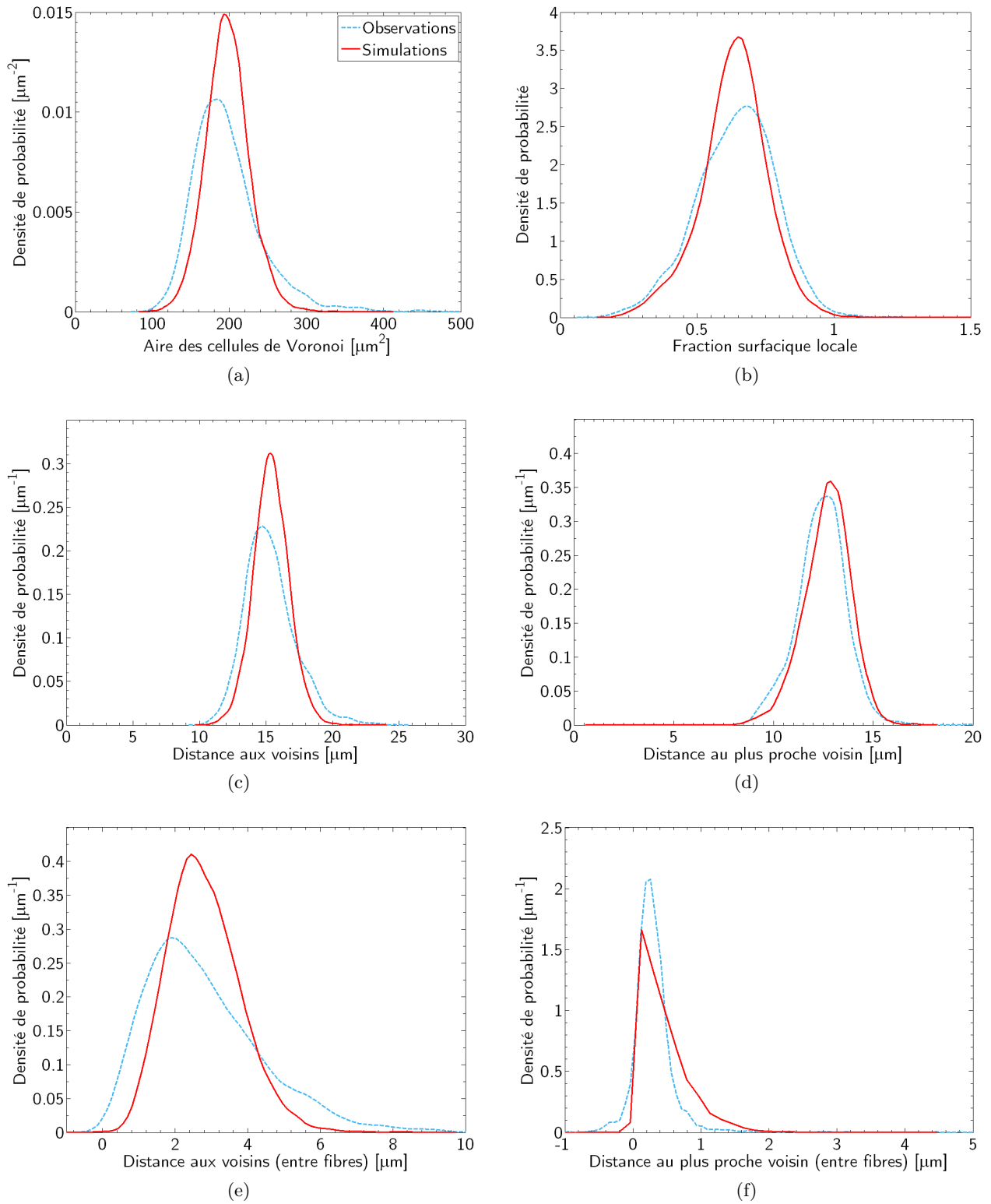


Figure I.15 – Comparaison des microstructures virtuelles et expérimentales : densités de probabilités des descripteurs statistiques issus de la tessellation de Voronoi (la légende est identique pour toutes les figures)

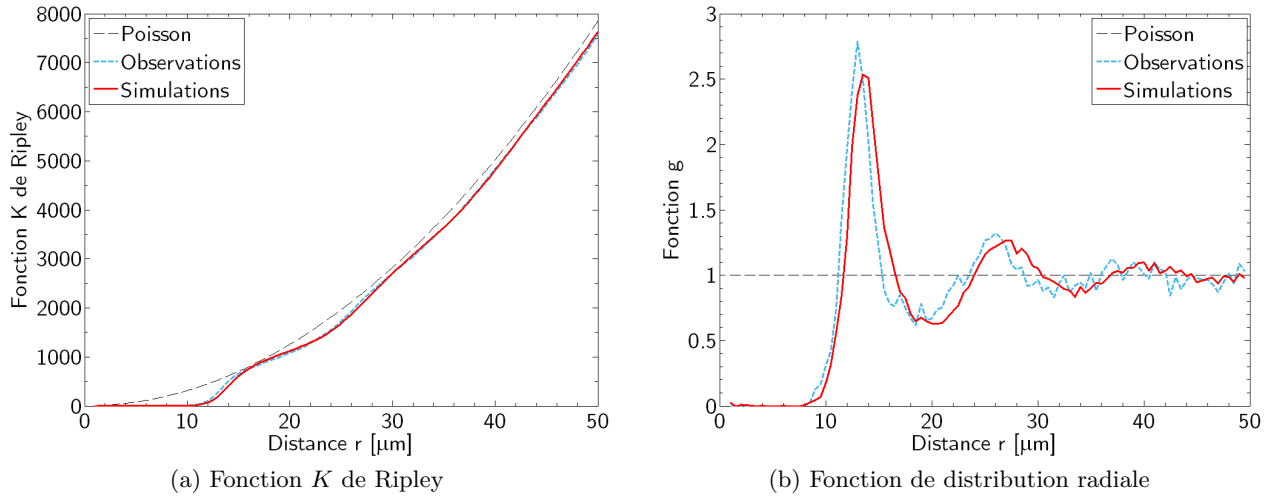


Figure I.16 – Comparaison des microstructures virtuelle et expérimentale : descripteurs statistiques du 2nd ordre

I.2.3.2 Caractérisation de la porosité

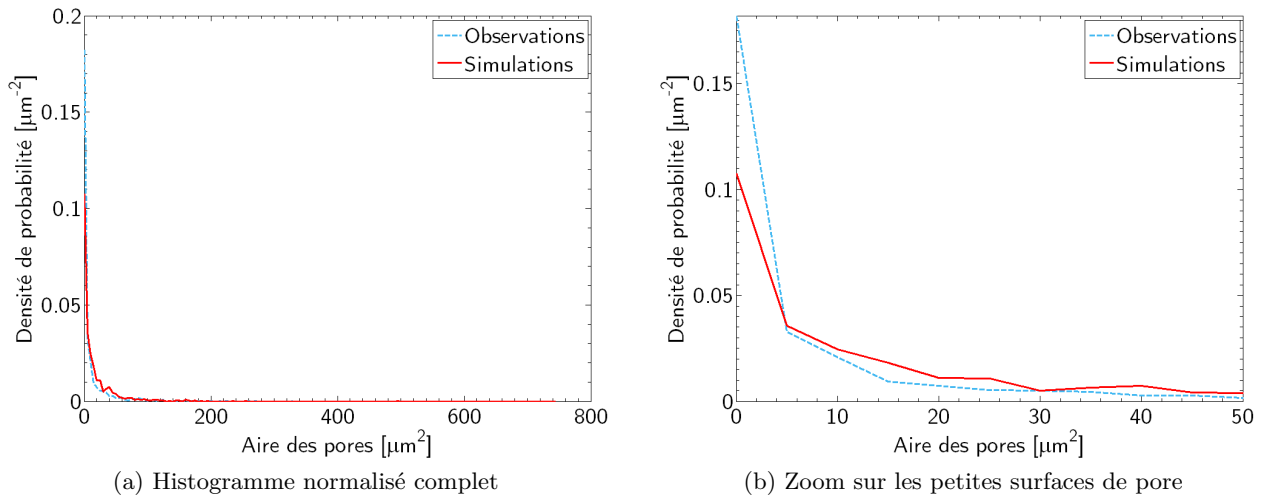


Figure I.17 – Comparaison des distributions des aires de pore

La distribution des aires de pore obtenue au sein de la microstructure virtuelle est présentée sur la figure I.17, en comparaison avec la distribution obtenue lors de la caractérisation microstructurale. Les allures générales des histogrammes sont semblables, avec une grande part de pores de petite taille ($<10 \mu\text{m}^2$) et peu de pores de taille importante ($>100 \mu\text{m}^2$). Nous observons également une bonne adéquation en ce qui concerne la fraction surfacique cumulée de porosité représentée sur la figure I.18 (comparaison des courbes rouge et bleue).

Les deux distributions sont très proches, mais des différences existent au niveau des pores de tailles extrêmes. En effet, si nous nous intéressons plus particulièrement aux pores de petite taille (figure I.17b), nous pouvons constater que la quantité de pores dont la surface est très petite ($10 \mu\text{m}^2$) est moindre par rapport à la distribution expérimentale. Cet écart est dû à l'hypothèse d'épaisseur constante de matrice utilisée pour générer la microstructure virtuelle : les petits espaces vides entre fibres peuvent être rapidement bouchés alors que dans la microstructure réelle une épaisseur de matrice plus fine par endroit laisse apparaître une porosité résiduelle plus fine. Il faut également noter que la microstructure réelle contient beaucoup plus de pores ($0,007/\mu\text{m}^2$) que la microstructure virtuelle ($0,004/\mu\text{m}^2$), pour une même fraction de porosité. Les pores “manquants” sont ceux de petite taille (figure I.17). Ils représentent cependant une partie négligeable de la fraction de porosité totale (figure I.18), l'effet de cet écart sur le comportement mécanique devrait donc lui aussi être négligeable, et ce d'autant plus que ces petits pores sont isolés.

Il existe également un écart au niveau des pores de taille importante. La surface maximale de pores est très supérieure aux observations réalisées sur six torons, les surfaces allant jusqu'à $740 \mu\text{m}^2$ pour la microstructure virtuelle alors qu'elles se limitent à $330 \mu\text{m}^2$ dans la microstructure réelle. Il s'agit cependant ici de la queue de distribution des surfaces de pore, qui nécessite une statistique représentative pour être observable, et donc un grand nombre d'observations expérimentales. Or, la figure I.18 montre une dispersion relativement importante d'un toron à l'autre (observations expérimentales). Cette même dispersion a été simulée en générant six VE de surface égale à la surface moyenne des torons analysés : il existe une différence entre la distribution moyenne calculée à partir de ces six VE et celle issue de l'observation d'un grand nombre de VE. Les fluctuations d'un VE à l'autre sont également marquées. Les observations microstructurales (rassemblant environ 2000 fibres) ne sont donc probablement pas représentatives de la distribution complète de la porosité, contrairement aux analyses effectuées sur la microstructure virtuelle (sur un grand nombre de VE, rassemblant environ 10000 fibres). En effet, une observation complémentaire de toute la section de composite étudiée (voir figure I.1) met en évidence la présence de quelques pores de très grande surface ($510 \mu\text{m}^2$, $560 \mu\text{m}^2$ et $670 \mu\text{m}^2$) dans d'autres torons.

Le procédé de génération de microstructure permet donc d'obtenir des populations de fibres et de pores conformes aux observations expérimentales.

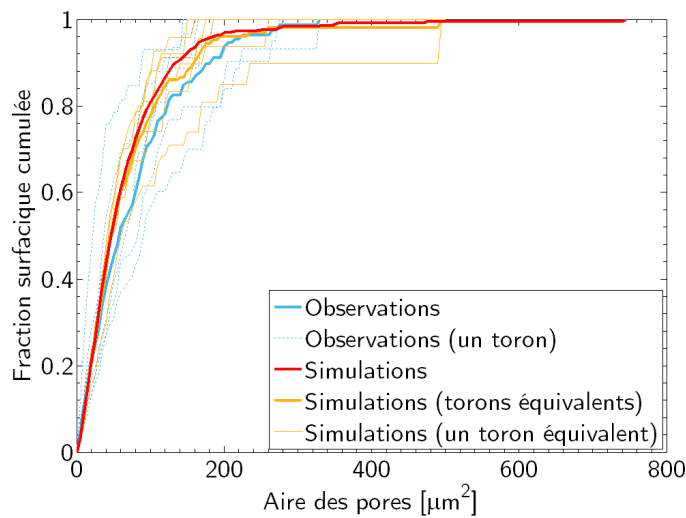


Figure I.18 – Fraction surfacique cumulée de porosité en fonction de la surface des pores

I.3 COMPOTEMENT ÉLASTIQUE

Nous venons de voir comment générer un grand nombre de VE statistiquement représentatifs de la microstructure expérimentale. De tels VE vont permettre d'aborder maintenant les notions d'homogénéisation numérique et de VER. Le comportement mécanique des VE, et donc de la microstructure virtuelle, est étudié par éléments finis. Il est alors nécessaire d'utiliser un maillage particulier pour cette microstructure, totalement aléatoire et présentant des pores en contact avec les bords des VE. Nous allons mettre en évidence, en étudiant les comportements apparents d'un grand nombre de VE de différentes tailles, d'importants problèmes de séparabilité des échelles. Les fluctuations constatées ne permettent pas l'utilisation classique du VER et nécessitent l'introduction de la notion de Volume Élémentaire Statistique (VES). En dépit de ces problèmes de séparabilité d'échelles, nous proposerons en première approximation une estimation du comportement homogène équivalent et montrerons que la forte anisotropie du toron et les problèmes de séparabilité des échelles sont fortement liés à la géométrie spécifique des pores. Enfin, l'utilisation d'une microstructure virtuelle nous permettra de mettre en évidence une forte sensibilité du comportement mécanique à l'épaisseur de matrice, représentative de la qualité de l'infiltration par CVI.

I.3.1 Maillage et propriétés mécaniques des constituants

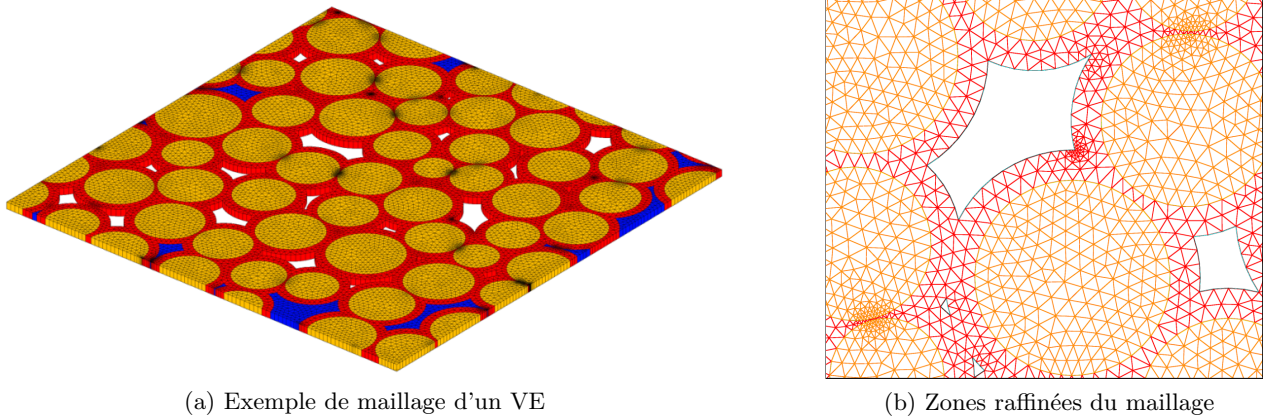


Figure I.19 – Exemple de maillage 3D (fibres en rouge, matrice en orange et pores maillés en bleu)

Le maillage de chaque VE est construit en deux étapes. Un maillage 2D triangulaire (éléments de taille caractéristique de l'ordre du micromètre) est réalisé par un mailleur disponible au sein de la plateforme SALOME® (NETGEN1D2D). Certaines zones sont raffinées automatiquement par le mailleur lorsque les dimensions sont trop petites par rapport à la finesse globale. Ceci permet d'avoir une description plus fine au niveau de certaines singularités, comme de petits pores ou de très fines épaisseurs de matrice entre deux fibres. Une étude de la sensibilité des propriétés élastiques à la finesse du maillage est présentée annexe C.

De plus, afin de pouvoir appliquer des conditions aux limites périodiques aux VE lors du calcul mécanique, les pores en contact avec le contour du VE sont sélectionnés et maillés. Les autres, à l'intérieur du VE, restent vides. Le maillage 3D est finalement construit par extrusion du maillage 2D (figure I.19). Nous supposons ici que l'évolution de la porosité dans la direction des fibres est lente, et faisons donc l'hypothèse que la microstructure est invariante¹ dans cette direction.

1. Nous préférons tout de même un maillage 3D qui permet d'accéder à tous les coefficients du tenseur des rigidités.

Les fibres et la matrice sont modélisées comme des matériaux homogènes au comportement mécanique élastique isotrope. En effet, même s'il existe probablement une texture cristallographique locale dans la matrice due à la croissance du SiC lors du dépôt par CVI, l'effet de cette anisotropie est considéré comme très négligeable par rapport à l'influence de la porosité. Le module de Young des fibres du modèle est la moyenne de différentes déterminations expérimentales de ce dernier complétées par le module donné par le fabricant (voir tableau I.3). En ce qui concerne la matrice, le module est plus difficile à mesurer expérimentalement. Quelques mesures à partir d'essais sur microcomposites (une fibre enrobée de matrice) et une estimation par homogénéisation des propriétés du polycristal de SiC sont à l'origine du module utilisé pour la matrice dans le modèle (tableau I.3). Le coefficient de Poisson est pris identiquement égal à 0,18 pour les fibres et la matrice [Gel07]. Enfin, des propriétés mécaniques très faibles (élastique isotrope, $E=10$ MPa, et même coefficient de Poisson) sont affectées aux pores maillés.

Référence	E_F [GPa]	Référence	E_M [GPa]
COLIN [Col08]	335	COLIN [Col08]	390
PIERQUET [Pie06]	345	MICHAUX [Mic03]	416
FALANGA [Fal08]	343	GÉLÉBART [Gel07]	407
SAUDER [Sau07]	375		
Fournisseur	372		
Modèle	354	Modèle	404

Tableau I.3 – Modules de Young des fibres et de la matrice

I.3.2 Détermination du comportement apparent et notion d'homogénéisation

I.3.2.1 Comportement apparent

Le *tenseur des rigidités apparent* \mathbf{K}^{app} d'un VE est le tenseur du 4^e ordre qui relie les tenseurs de contrainte et de déformation moyennes sur le volume Ω du VE (équations (I.10) et (I.11)). Lorsque le VE est suffisamment grand (on parle alors de *Volume Élémentaire Représentatif*, VER), le comportement apparent ne dépend plus de la réalisation statistique considérée ni des conditions aux limites appliquées aux bornes du VE. Cette limite permet de déterminer le *comportement homogène équivalent* (auss appelé *comportement effectif* \mathbf{K}^{eff}). Cependant le comportement homogène équivalent ne peut être utilisé à l'échelle supérieure que si le VER est très petit devant la structure considérée (ici le toron). Le VER doit donc être suffisamment grand, devant la taille caractéristique des hétérogénéités microstructurales, pour être représentatif, mais également suffisamment petit devant la structure pour pouvoir être utilisé à l'échelle supérieure. On parle alors de *condition de séparabilité des échelles*.

$$\langle \epsilon \rangle = \frac{1}{V_\Omega} \int_\Omega \epsilon \, dV, \quad \langle \sigma \rangle = \frac{1}{V_\Omega} \int_\Omega \sigma \, dV \quad (\text{I.10})$$

$$\langle \sigma \rangle = \mathbf{K}_1^{app} : \langle \epsilon \rangle, \text{ pour tout chargement associé à un jeu de CL} \quad (\text{I.11})$$

Le comportement apparent peut également être défini comme le tenseur du 4^e ordre liant le tenseur moyen (en volume) des déformations à la moyenne volumique de la densité d'énergie (équation (I.12)). Cette définition assure la symétrie de \mathbf{K}_2^{app} , alors que ce n'est pas forcément le cas avec la première

définition de \mathbf{K}_1^{app} .

$$\frac{1}{2} \langle \epsilon : \mathbf{K} : \epsilon \rangle = \frac{1}{2} \langle \epsilon \rangle : \mathbf{K}_2^{app} : \langle \epsilon \rangle, \text{ pour tout chargement associé à un jeu de CL} \quad (\text{I.12})$$

Le lemme de Hill (équation (I.13)) exprime l'égalité entre le travail macroscopique et la moyenne spatiale du travail microscopique. Quand il est satisfait par les champs locaux σ et ϵ et ce pour tous les cas de chargement, il assure l'équivalence des deux définitions de \mathbf{K}^{app} [Bor01].

$$\langle \sigma \rangle : \langle \epsilon \rangle = \langle \sigma : \epsilon \rangle \quad (\text{I.13})$$

Il est ainsi possible de calculer un à un les 36 coefficients du tenseur en appliquant six cas de chargement indépendants et en couplant les résultats. La résolution du système exprimé en équation (I.14) (où I désigne un chargement en particulier) permet d'identifier les coefficients de \mathbf{K}_1^{app} . Le système exprimé équation (I.15) permet lui d'accéder aux coefficients de \mathbf{K}_2^{app} .

$$\langle \sigma \rangle^I = \mathbf{K}_1^{app} : \langle \epsilon \rangle^I, \quad \forall I \in [1, 6] \quad (\text{I.14})$$

$$\langle \sigma^I : \epsilon^J \rangle = \langle \epsilon \rangle^I : \mathbf{K}_2^{app} : \langle \epsilon \rangle^J, \quad \forall (I, J) \in [1, 6]^2 \quad (\text{I.15})$$

I.3.2.2 Conditions aux limites

Les conditions aux limites à appliquer aux bornes du VE doivent de préférence satisfaire le lemme de Hill (équation (I.13)). Cette condition est satisfaite par quatre types de conditions aux limites sur le contour $\partial\Omega$ du volume Ω [Haz95, Jia02] (dans les définitions suivantes, \mathbf{t} , \mathbf{u} , \mathbf{L} et \mathbf{n} désignent respectivement le vecteur contrainte, le vecteur déplacement, le vecteur de périodicité et le vecteur normal) :

- les conditions aux limites en déformation homogène (CLDH, équation (I.16))
- les conditions aux limites en contrainte homogène (CLCH, équation (I.17))
- les conditions aux limites mixtes (CLMI, équation (I.18))
- les conditions aux limites périodiques (CLP, équation (I.19))

Les CLMI, contrairement aux CLDH et CLCH, ne définissent pas un jeu particulier mais toute une famille de conditions aux limites.

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}) = \langle \epsilon \rangle \cdot \mathbf{x}, \quad \forall \mathbf{x} \in \partial\Omega \quad (\text{I.16})$$

$$\mathbf{t}(\mathbf{x}) = \langle \sigma \rangle \cdot \mathbf{n}, \quad \forall \mathbf{x} \in \partial\Omega \quad (\text{I.17})$$

$$(\mathbf{t}(\mathbf{x}) - \langle \sigma \rangle \cdot \mathbf{n}) \cdot (\mathbf{u}(\mathbf{x}) - \langle \epsilon \rangle \cdot \mathbf{x}) = 0, \quad \forall \mathbf{x} \in \partial\Omega \quad (\text{I.18})$$

$$\mathbf{u}(\mathbf{x} + \mathbf{L}) = \mathbf{u}(\mathbf{x}) + \langle \epsilon \rangle \cdot \mathbf{L} ; \quad \mathbf{t}(\mathbf{x} + \mathbf{L}) = -\mathbf{t}(\mathbf{x}), \quad \forall \mathbf{x} \in \partial\Omega \quad (\text{I.19})$$

On montre [Haz94] que les CLCH et les CLDH conduisent, si l'on considère un unique VE, aux bornes inférieure et supérieure de tout tenseur apparent obtenu pour ce même VE en appliquant des CLMI (équation (I.20)).

$$\mathbf{K}_{CLCH}^{app} \leq \mathbf{K}_{CLMI}^{app} \leq \mathbf{K}_{CLDH}^{app} \quad (\text{I.20})$$

Dans le cas d'une microstructure périodique, \mathbf{K}^{eff} est déterminé de manière exacte si l'on impose des CLP. Pour des milieux non périodiques, comme dans notre cas, on obtient seulement une estimation. Comme pour les CLMI, on peut montrer que le comportement apparent issu d'un calcul en CLP est encadré par les comportements apparents déterminés grâce aux CLCH et CLDH (équation (I.21)), et que le comportement effectif correspond à la limite de ces deux comportements lorsque la taille du VE tend vers l'infini [Bor01].

$$\mathbf{K}_{CLCH}^{app} \leq \mathbf{K}_{CLP}^{app} \leq \mathbf{K}_{CLDH}^{app} \quad (\text{I.21})$$

Dans notre cas, le choix des conditions aux limites est limité par la géométrie spécifique des VE, non périodique et présentant des pores en contact avec le contour. En effet, la déformation des pores débouchants (aux propriétés mécaniques très faibles) sollicités en contrainte homogène aux limites est extrêmement grande. Le tenseur des rigidités apparent (très faible) mène quasiment à la borne de Reuss. La borne inférieure fournie par les CLCH ne peut donc pas être utilisée.

HAZANOV [Haz95] a introduit les "conditions aux limites mixtes orthogonales", un jeu de conditions aux limites spécifique appartenant aux CLMI, où le vecteur traction est imposé dans une (ou deux) direction(s) macroscopique(s) et le déplacement dans les deux (ou une) direction(s) orthogonale(s). Cette définition induit cependant des restrictions sur le volume et le chargement pour pouvoir satisfaire le lemme de Hill. En effet, la microstructure du VE doit être au moins orthotrope et les chargements en cisaillement ne peuvent pas être appliqués. Il n'est donc pas possible de déterminer le tenseur des rigidités apparent complètement [Haz98].

Pour dépasser ces restrictions (principalement la deuxième), PAHR et al. [Pah08b] définissent un jeu de conditions aux limites mixtes spéciales appelées *conditions aux limites mixtes compatibles avec la périodicité* en appliquant six chargements indépendants en déformation moyenne imposée (tableau I.4). Ces conditions aux limites permettent d'obtenir les mêmes propriétés élastiques moyennes que les CLP si l'on considère une microstructure orthotrope.

Cependant le lemme de Hill n'est pas complètement satisfait dans le cas d'une microstructure sans symétrie particulière (comme c'est le cas ici). Le calcul conduit à un tenseur des rigidités apparent qui présente des petits défauts de symétrie s'il est déterminé en utilisant la définition mécanique (équation (I.11)). Il est donc nécessaire dans notre cas d'utiliser la définition énergétique (équation (I.12)) qui assure la symétrie du tenseur \mathbf{K}^{app} . On notera toutefois que les écarts entre \mathbf{K}_1^{app} (équation (I.14)) et \mathbf{K}_2^{app} (équation (I.15)) sont très faibles.

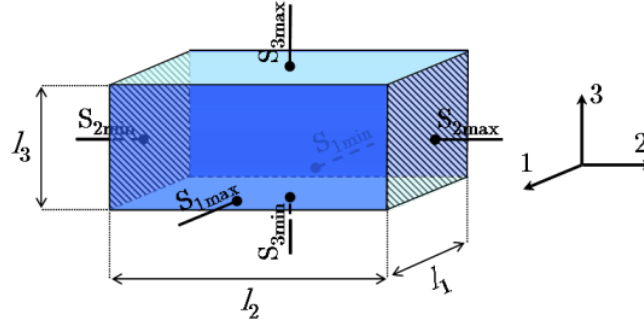


Figure I.20 – Notations pour désigner les faces d'un VE

	S_{1min}	S_{1max}	S_{2min}	S_{2max}	S_{3min}	S_{3max}
Ext. 1	$u_1 = \langle \epsilon_{11} \rangle \frac{l_1}{2}$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_1 = -\langle \epsilon_{11} \rangle \frac{l_1}{2}$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_2 = 0$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_2 = 0$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_3 = 0$ $t_1 = t_2 = 0$	$u_3 = 0$ $t_1 = t_2 = 0$
Ext. 2	$u_1 = 0$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_1 = 0$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_2 = \langle \epsilon_{22} \rangle \frac{l_2}{2}$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_2 = -\langle \epsilon_{22} \rangle \frac{l_2}{2}$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_3 = 0$ $t_1 = t_2 = 0$	$u_3 = 0$ $t_1 = t_2 = 0$
Ext. 3	$u_1 = 0$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_1 = 0$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_2 = 0$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_2 = 0$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_3 = \langle \epsilon_{33} \rangle \frac{l_3}{2}$ $t_1 = t_2 = 0$	$u_3 = -\langle \epsilon_{33} \rangle \frac{l_3}{2}$ $t_1 = t_2 = 0$
Cis. 12	$u_2 = \langle \epsilon_{21} \rangle \frac{l_1}{2}$ $u_3 = 0, t_1 = 0$	$u_2 = -\langle \epsilon_{21} \rangle \frac{l_1}{2}$ $u_3 = 0, t_1 = 0$	$u_1 = \langle \epsilon_{12} \rangle \frac{l_2}{2}$ $u_3 = 0, t_2 = 0$	$u_1 = -\langle \epsilon_{12} \rangle \frac{l_2}{2}$ $u_3 = 0, t_2 = 0$	$u_3 = 0$ $t_1 = t_2 = 0$	$u_3 = 0$ $t_1 = t_2 = 0$
Cis. 13	$u_3 = \langle \epsilon_{31} \rangle \frac{l_1}{2}$ $u_2 = 0, t_1 = 0$	$u_3 = -\langle \epsilon_{31} \rangle \frac{l_1}{2}$ $u_2 = 0, t_1 = 0$	$u_2 = 0$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_2 = 0$ $t_1 = t_3 = 0$	$u_1 = \langle \epsilon_{13} \rangle \frac{l_3}{2}$ $u_2 = 0, t_3 = 0$	$u_1 = -\langle \epsilon_{13} \rangle \frac{l_3}{2}$ $u_2 = 0, t_3 = 0$
Cis. 23	$u_1 = 0$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_1 = 0$ $t_2 = t_3 = 0$	$u_3 = \langle \epsilon_{32} \rangle \frac{l_2}{2}$ $u_1 = 0, t_2 = 0$	$u_3 = -\langle \epsilon_{32} \rangle \frac{l_2}{2}$ $u_1 = 0, t_2 = 0$	$u_2 = \langle \epsilon_{23} \rangle \frac{l_3}{2}$ $u_1 = 0, t_3 = 0$	$u_2 = -\langle \epsilon_{23} \rangle \frac{l_3}{2}$ $u_1 = 0, t_3 = 0$

Tableau I.4 – Définition des conditions aux limites mixtes de PAHR [Pah08a] (Ext. : extension, Cis. : cisaillement)

Finalement, le comportement apparent est déterminé par la méthode des éléments finis (éléments prismatiques) dans CAST3M® en utilisant l'approche énergétique et en appliquant les CLDH, le jeu de CLMI proposé par [Pah08b] et les CLP. C'est l'utilisation des CLP qui nécessite que les pores en contact avec les bords du VE soient maillés. Le maillage n'étant pas périodique, chaque face du contour est projetée sur la face parallèle et des relations linéaires sont mises en place entre les nœuds de cette face et les nœuds projetés pour pouvoir appliquer les relations de périodicité (procédure mise en place dans CAST3M®). Des conditions de périodicité sont appliquées dans tous les cas sur les deux faces du VE perpendiculaire à la direction des fibres.

Notation

Nous adopterons par la suite la convention d'écriture matricielle orthonormée (où la direction 3 est la direction des fibres) pour noter les tenseurs d'ordre 4 :

$$\sigma = \mathbf{K} : \epsilon \Leftrightarrow \begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sqrt{2}\sigma_{12} \\ \sqrt{2}\sigma_{13} \\ \sqrt{2}\sigma_{23} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & K_{ij} & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot & \cdot \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \epsilon_{11} \\ \epsilon_{22} \\ \epsilon_{33} \\ \sqrt{2}\epsilon_{12} \\ \sqrt{2}\epsilon_{13} \\ \sqrt{2}\epsilon_{23} \end{bmatrix} \quad (\text{I.22})$$

La correspondance avec les coefficients du tenseur des rigidités \mathbf{K} d'ordre 4 est la suivante :

$$\begin{bmatrix} K_{1111} & K_{1122} & K_{1133} & \sqrt{2}K_{1121} & \sqrt{2}K_{1131} & \sqrt{2}K_{1132} \\ K_{2211} & K_{2222} & K_{2233} & \sqrt{2}K_{2221} & \sqrt{2}K_{2231} & \sqrt{2}K_{2232} \\ K_{3311} & K_{3322} & K_{3333} & \sqrt{2}K_{3321} & \sqrt{2}K_{3331} & \sqrt{2}K_{3332} \\ \sqrt{2}K_{1211} & \sqrt{2}K_{1222} & \sqrt{2}K_{1221} & 2K_{1232} & 2K_{1231} & 2K_{1232} \\ \sqrt{2}K_{1311} & \sqrt{2}K_{1322} & \sqrt{2}K_{1321} & 2K_{1332} & 2K_{1331} & 2K_{1332} \\ \sqrt{2}K_{2311} & \sqrt{2}K_{2322} & \sqrt{2}K_{2321} & 2K_{2332} & 2K_{2331} & 2K_{2332} \end{bmatrix} \quad (\text{I.23})$$

I.3.3 Fluctuations

Nous avons vu précédemment que le VER mécanique devait répondre à différents critères du point de vue de son comportement mécanique : ses propriétés sont indépendantes de la réalisation statistique considérée, stables si la taille du VE augmente et indépendantes des conditions aux limites. Afin d'aborder cette notion, des calculs mécaniques sont effectués sur un grand nombre de VE de cinq tailles différentes (figure I.21), en appliquant pour chaque VE des CLDH, des CLP et des CLMI. Les caractéristiques de chaque taille de VE et le nombre de VE générés pour chaque taille sont reportés au tableau I.5. On peut remarquer que, pour chaque taille, le nombre de VE considéré est suffisamment grand pour être représentatif des fractions surfaciques de fibres et de porosité mesurées expérimentalement.

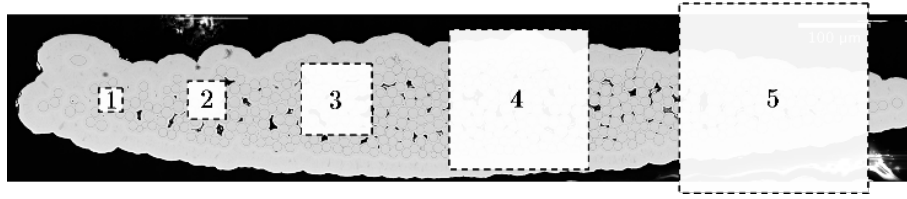


Figure I.21 – Tailles des VE générés comparées à la taille d'un toron

Taille	L [μm]	δ	N	N_R	f_f [%]	f_p [%]
1	32.5	5	5	250	64.1	6.68
2	52	8	15	200	64.0	6.50
3	97.5	15	50	150	64.1	6.41
4	192	30	190	53	63.8	6.65
5	260	40	340	18	63.6	6.71

L désigne la dimension du côté du VE, δ le rapport entre L et le rayon moyen des fibres, N le nombre moyen de centres de fibre, N_R le nombre de réalisations effectuées pour chaque taille et f_f et f_p les fractions volumiques de fibres et de porosité.

Tableau I.5 – Données caractéristiques des VE générés

Dans un premier temps, les fluctuations de \mathbf{K}^{app} sont étudiées pour les trois types de conditions aux limites et les cinq tailles de VE générées. La figure I.22 présente les fluctuations du coefficient K_{11}^{app} pour les cinq tailles de VES en fonction de la réalisation statistique considérée. Nous observons des fluctuations très marquées pour les trois premières tailles de VE ($\delta=5$ à 15). Les écarts types relatifs et densités de probabilité, représentés sur la figure I.23 pour toutes les conditions aux limites, confirment ces observations. L'écart type relatif de K_{11}^{app} est supérieur à 10% pour les trois premières tailles, pour toutes les conditions aux limites. Les distributions sont de plus en plus étroites avec l'augmentation de la taille des VE. L'effet des conditions aux limites semble également d'autant plus faible que les dimensions des VE sont grandes.

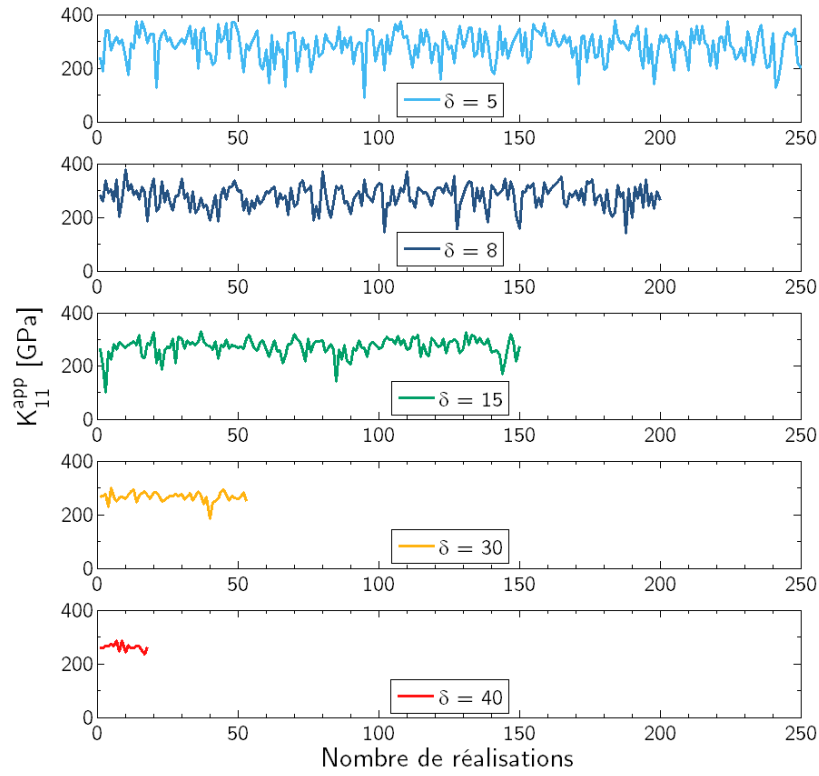
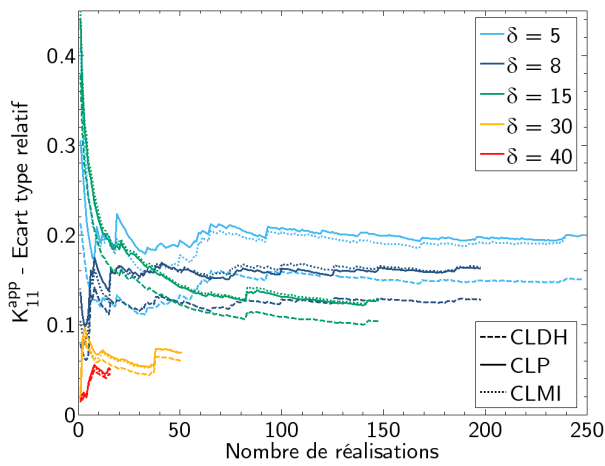
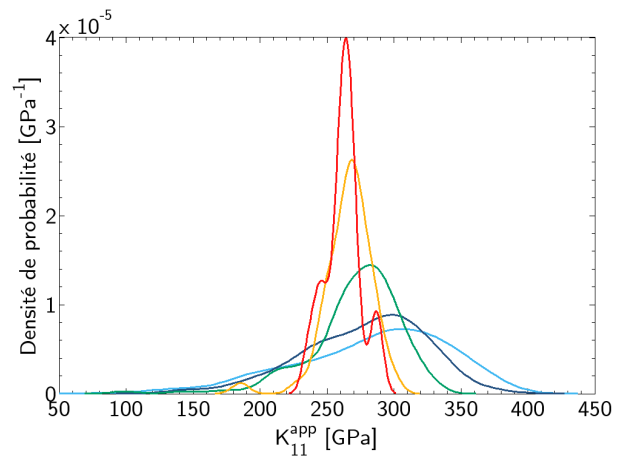


Figure I.22 – Evolution de K_{11}^{app} en fonction de la réalisation considérée, de la taille des VE en CLP



(a) Evolution de l'écart type relatif en fonction du nombre de réalisations considérées



(b) Densité de probabilité

Figure I.23 – Caractérisation des fluctuations de K_{11}^{app} en fonction de la taille des VE et des conditions aux limites (la légende est commune aux deux figures)

Les seuls VE ($\delta=5$, $\delta=8$) qui sont suffisamment petits par rapport au toron pour permettre l'utilisation d'un comportement homogène équivalent (voir §I.3.2.1) exhibent des fluctuations très marquées et ne peuvent donc pas être considérés comme des VER. Les VE de taille 4 ($\delta=30$) et de taille 5 ($\delta=40$) qui présentent le moins de fluctuations sont quant à eux trop grands par rapport au toron et ne satisfont clairement pas la condition de séparabilité des échelles. *Cela signifie que la taille du VER est trop grande par rapport à la taille du toron et qu'un comportement homogène équivalent ne peut pas, en toute rigueur, être défini pour le toron.*

I.3.4 Estimation du comportement homogène équivalent : sensibilité à la taille des VES

Afin de réaliser un calcul à l'échelle du tissage, le paragraphe précédent montre qu'il faut porter une attention particulière aux fluctuations importantes du comportement apparent au sein du toron. Comment prendre en compte ces fluctuations dans un calcul de structure à l'échelle du tissage est encore un problème ouvert.

En première approximation, ces fluctuations seront négligées et nous proposons d'évaluer le comportement homogène équivalent en réalisant la moyenne des comportements apparents de plusieurs VE plus petits que le VER. De tels volumes sont alors appelés *Volumes Elémentaires Statistiques* (VES). Un VES rend compte d'une partie de l'hétérogénéité et de la nature aléatoire de la microstructure [OS06, Yin08]. L'utilisation de VE plus petits que le VER doit être compensée en réalisant la moyenne des comportements apparents de plusieurs VES.

Comme l'a montré HUET [Hue90] (équation (I.24)), le comportement homogène équivalent est compris entre les moyennes des comportements apparents obtenus en appliquant les CLCH et les CLDH d'un grand nombre de VES. Dans cette étude, nous ne pouvons utiliser que la borne supérieure fournie par les CLDH ainsi que les deux estimations fournies par les moyennes des comportements apparents en utilisant les CLP et les CLMI. Enfin, il faut noter que la valeur moyenne obtenue par l'utilisation de n'importe quelles conditions aux limites peut donner une estimation différente de celle obtenue par le VER si les VES sont trop petits [OS98, Kan03].

$$\overline{\mathbf{S}_{CLCH}^{app}}^{-1} \leq \mathbf{K}^{eff} \leq \overline{\mathbf{K}_{CLDH}^{app}} \quad (\text{I.24})$$

La figure I.24a montre l'évolution de la moyenne $\overline{K_{11}}$ des coefficients K_{11}^{app} apparents en fonction du nombre de réalisations considérées, pour les différentes tailles et conditions aux limites. Nous constatons tout d'abord que la moyenne converge effectivement à partir d'un certain nombre de VES. Ensuite, il semble que la vitesse de convergence de la moyenne dépende de la taille des VES. Nous proposons donc une méthode pour estimer cette vitesse de convergence en déterminant le nombre de VES (ou de réalisations) $N_{R2\%}$ nécessaire pour que le coefficient moyen $\overline{K_{11}}$ reste dans un intervalle de confiance de $\pm 2\%$ autour de la moyenne sur la totalité des VES.

Ce nombre étant dépendant de la séquence de VES utilisée, c'est-à-dire l'ordre dans lequel sont considérés les VES pour calculer $\overline{K_{11}}$, il est déterminé pour un nombre important de permutations de la séquence initiale de VES, pour chaque taille et chaque type de conditions aux limites. Nous étudions en figure I.24b l'évolution de la moyenne glissante de ces nombres de VES en fonction du nombre de permutations effectuées. Nous pouvons constater que cette moyenne converge assez rapidement. La valeur à convergence correspond alors au nombre de VES moyen nécessaire pour que la moyenne du coefficient considéré du tenseur apparent ne dépende plus du nombre de VES considérés (avec une erreur de $\pm 2\%$).

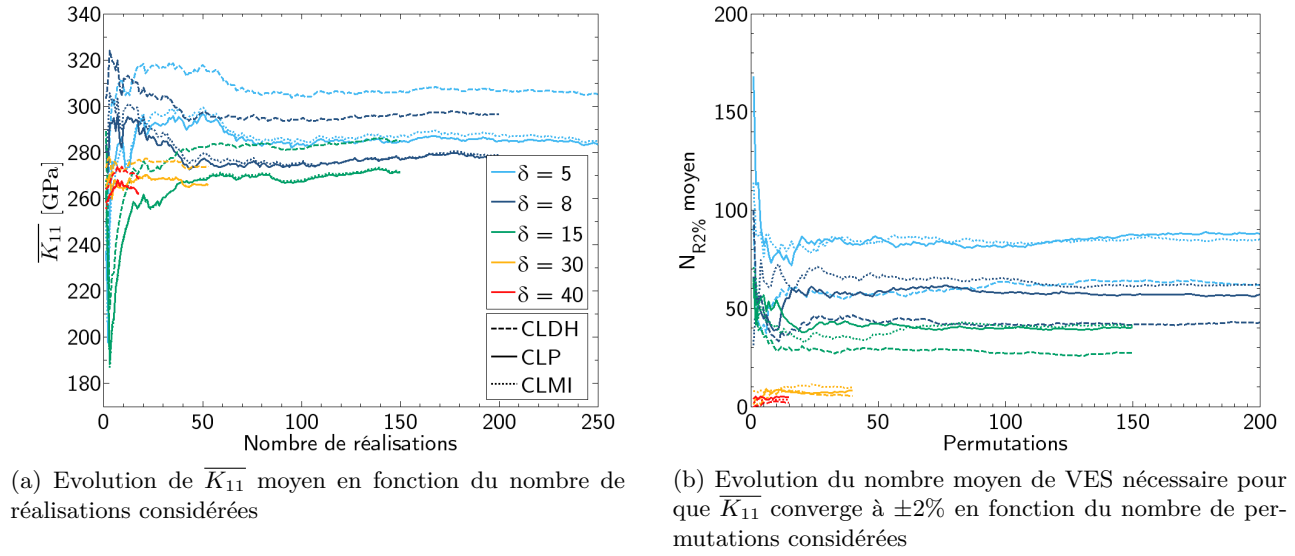


Figure I.24 – Etude de la convergence du comportement moyen (la légende est commune aux deux figures)

Il faut également noter que la moyenne des comportements apparents obtenus en CLDH converge plus rapidement qu'en utilisant les CLP ou les CLMI (ceci est probablement dû au fait que les fluctuations des comportements apparents en CLDH sont moins marquées, la moyenne se stabilise donc plus vite). *Nous montrons finalement avec cette estimation que la vitesse de convergence augmente avec la taille des VES (95, 65, 40, 15 et 4 VES environ sont nécessaires pour que la moyenne se stabilise pour les tailles 1 à 5 respectivement).*

La sensibilité du coefficient moyen $\overline{K_{11}}$ à la taille des VES et aux conditions aux limites est mise en évidence sur la figure I.25. La moyenne dépend effectivement de la taille du VES, $\overline{K_{11}}$ diminue quand δ augmente.

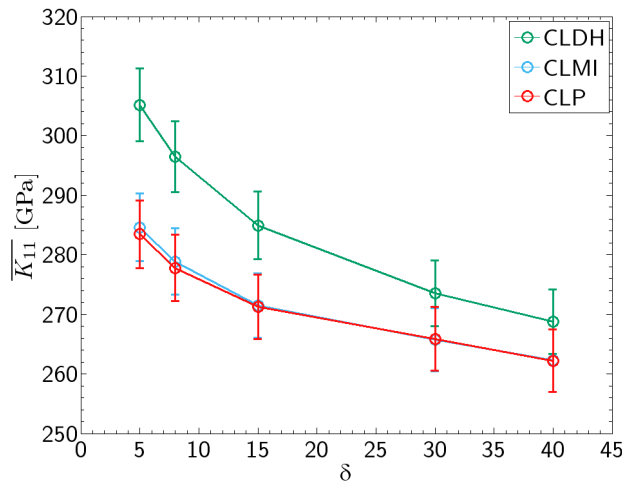
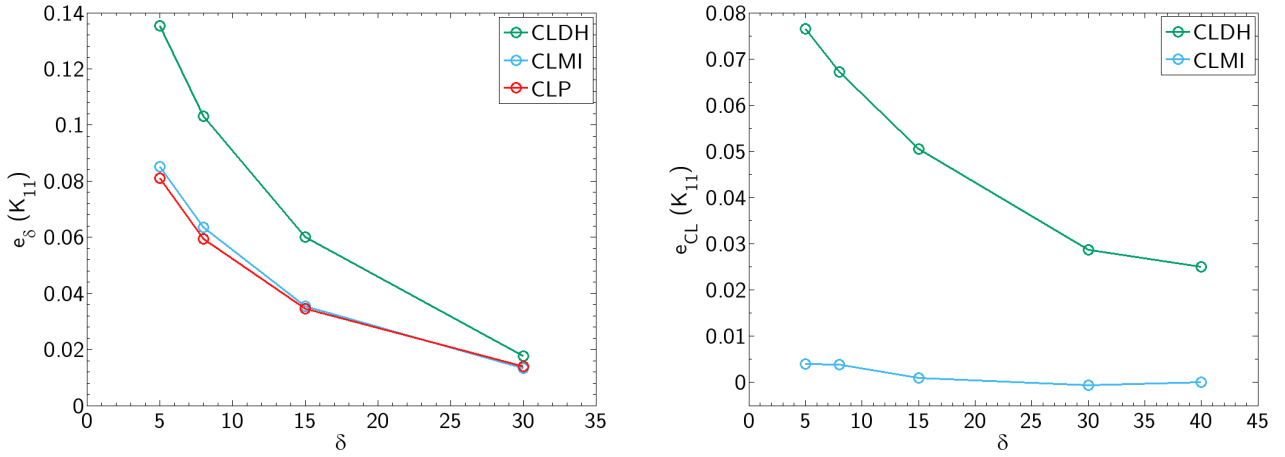


Figure I.25 – Evolution de $\overline{K_{11}}$ moyen en fonction de la taille des VES et des conditions aux limites (barres d'erreurs à $\pm 2\%$)

Nous proposons de quantifier la sensibilité à la taille par l'écart relatif e_δ du coefficient moyen pour chaque taille (déterminé sur la totalité des VES) par rapport à $\overline{K_{11}}$ pour la taille 5 :

$$e_\delta(K_{11}) = \frac{\overline{K_{11}}(\delta) - \overline{K_{11}}(\delta = 40)}{\overline{K_{11}}(\delta = 40)} \quad (\text{I.25})$$

Cet écart passe de 8% pour la taille 1 à moins de 2% pour la taille 4. Il chute rapidement pour les faibles δ mais la diminution est fortement ralentie pour les plus grands VES.



(a) Evolution de l'écart relatif de $\overline{K_{11}}$ en fonction de la taille des VES par rapport à la taille 5

(b) Evolution de l'écart relatif de $\overline{K_{11}}$ en CLDH et CLMI par rapport aux CLP

Figure I.26 – Effet de la taille des VES sur les écarts par rapport à la valeur limite et entre conditions aux limites

La dépendance aux conditions aux limites est quant à elle caractérisée par l'écart relatif e_{CL} défini pour chaque taille comme l'écart par au rapport coefficient moyen $\overline{K_{11}}$ obtenu en CLP :

$$e_{CL}(K_{11}) = \frac{\overline{K_{11}}(CL) - \overline{K_{11}}(CLP)}{\overline{K_{11}}(CLP)} \quad (\text{I.26})$$

Nous observons également une dépendance aux conditions aux limites qui diminue avec la taille des VES. Notons que les CLP et CLMI donnent des résultats similaires pour toutes les tailles. Ce n'est pas le cas pour les CLDH, mais la décroissance l'écart entre les CLP et les CLDH diminue fortement à partir de $\delta=30$ (taille 4, voir figure I.26b). L'écart est alors très faible (3%), les estimations obtenues par les CLP et les CLMI sont donc bonnes puisqu'elles sont très proches de la borne supérieure.

En ne considérant que K_{11} , nous pouvons supposer que $\overline{K_{11}}$ calculé sur une quinzaine de VES de taille 4, i.e. $\delta=30$, (ou cinq VES de taille 5, i.e. $\delta=40$) donne une estimation satisfaisante du comportement homogène équivalent, par cette méthode.

I.3.5 Résultats sur tous les coefficients du tenseur

Il est nécessaire de mener l'étude de sensibilité, présentée précédemment sur K_{11} , sur l'ensemble des coefficients pour pouvoir effectuer l'estimation sur le tenseur complet. Nous nous limitons aux coefficients relatifs à l'isotropie transverse, les autres étant nuls (les tenseurs apparents ont une symétrie monoclinique, mais les coefficients K_{14} , K_{24} , K_{34} et K_{56} sont nuls en moyenne, voir équation (I.28)).

Comme nous l'avons vu concernant K_{11} , les fluctuations des coefficients sont très marquées pour les petits VES. Les écarts types relatifs des coefficients apparents (figure I.27) diminuent de plus de 20% à environ 6% (au maximum), leur décroissance devenant plus faible à partir de $\delta=30$ (taille 4). Comme nous pouvions nous y attendre étant donnée la géométrie des VES, le coefficient K_{33} (la direction 3 est la direction des fibres) ne fluctue pratiquement pas. Les seules variations de ce coefficient sont dues à des variations de fraction surfacique de porosité d'un VES à l'autre (la géométrie des pores n'intervient pas).

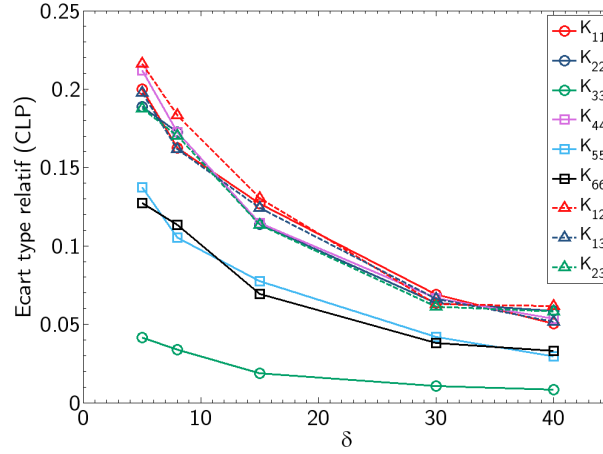
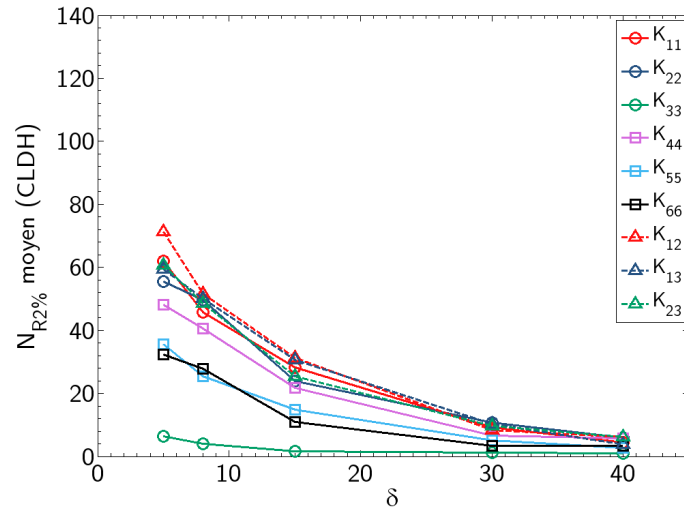


Figure I.27 – Evolution de l'écart type relatif des fluctuations de tous les coefficients apparents en fonction de la taille des VES

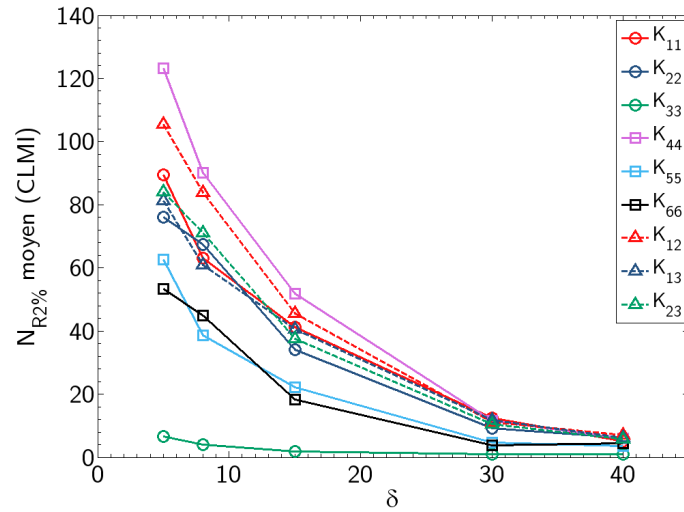
La figure I.28 présente le nombre de VES moyen $\overline{N_{R2\%}}$ nécessaire pour que la moyenne de chaque coefficient converge (à $\pm 2\%$ près). Nous constatons que pour les tailles les plus faibles (tailles 1 à 3) que la vitesse de convergence diffère suivant le type de CL utilisé : les moyennes issues des CLDH nécessitent moins de réalisations que celles issues des CLP pour converger, alors que celles issues des CLMI en nécessitent plus. A partir de la taille 4, les nombres de VES nécessaires sont équivalents pour les trois types de CL.

L'équation (I.27) rassemble le nombre maximal de VES nécessaire toutes conditions aux limites confondues pour converger pour la taille 4, *i.e.* $\delta = 30$ (notation matricielle) : ce sont les coefficients qui caractérisent des réponses dans le plan qui convergent le moins rapidement (13 réalisations nécessaires pour $\overline{K_{11}}$).

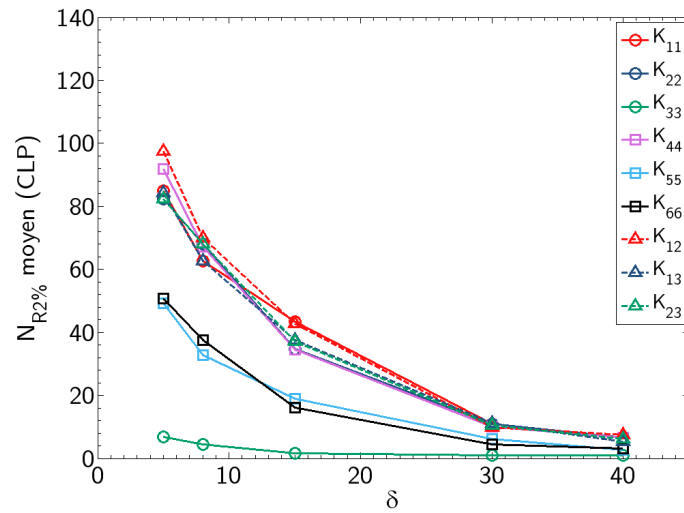
$$\overline{N_{R2\%}}(\delta = 30) = \begin{vmatrix} 13 & 12 & 12 & - & - & - \\ & 12 & 11 & - & - & - \\ & & 2 & - & - & - \\ & & & 12 & - & - \\ & & & & 6 & - \\ & & & & & 5 \end{vmatrix} \quad (\text{I.27})$$



(a) CLDH



(b) CLMI



(c) CLP

Figure I.28 – Evolution du nombre moyen de VES nécessaire pour que la moyenne de chaque coefficient converge à $\pm 2\%$ près, en CLDH, CLMI et CLP

Nous observons sur la figure I.29a que $\overline{K_{44}}$ (module de cisaillement 12) présente le plus gros écart relatif entre les résultats en CLDH et CLP (tel que défini par la relation (I.26)). Cependant, comme les autres coefficients, cet écart diminue fortement entre les tailles 1 et 3. La décroissance de l'écart est plus faible à partir de la taille 4, pour un écart évalué à 4% environ. L'écart par rapport aux CLMI est lui très faible pour tous les coefficients (<2%), sauf pour $\overline{K_{44}}$ qui présente encore les écarts les plus importants pour toutes les tailles mais qui se stabilise à environ 3% à partir de la taille 4.

Enfin, l'évolution en CLP, en fonction de la taille des VES, de la moyenne de chaque coefficient pour toutes les tailles par rapport aux résultats en taille 5 est décrite en figure I.30, par l'intermédiaire de l'écart e_δ défini en équation (I.25). $\overline{K_{33}}$, $\overline{K_{55}}$ et $\overline{K_{66}}$ sont moins sensibles que les autres coefficients moyens à l'effet de taille. *Tous coefficients confondus, l'écart entre la moyenne obtenue à la taille 4 et celle obtenue à la taille 5 est inférieur à 3%, ce qui, compte tenu de la tolérance acceptée sur les variations de la moyenne, est satisfaisant.*

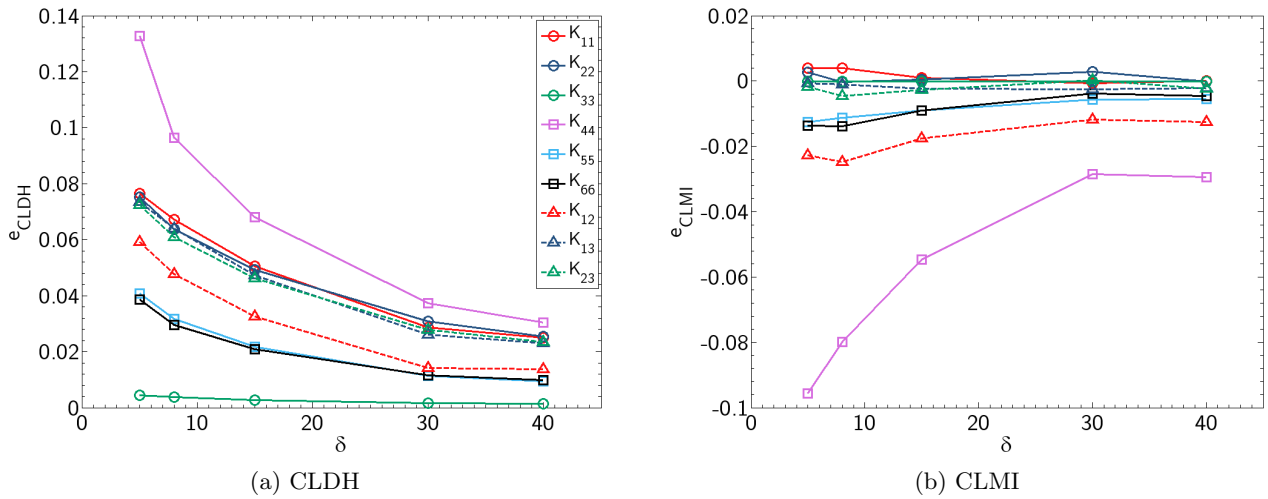


Figure I.29 – Evolution de l'écart relatif e_{CL} des coefficients moyens en CLDH et CLMI par rapport aux CLP

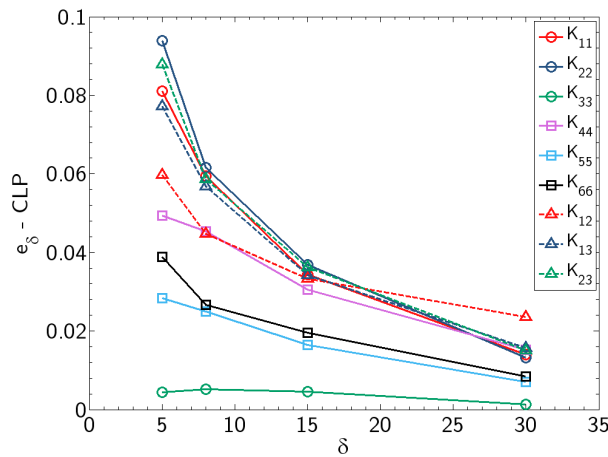


Figure I.30 – Evolution de l'écart relatif e_δ des coefficients moyens en fonction de la taille des VES par rapport à la taille 5 (en CLP)

Synthèse

A partir des résultats précédents, une estimation du comportement homogène équivalent peut être obtenue de manière satisfaisante en réalisant la moyenne des comportements apparents de quinze VES de taille 4 ($\delta=30$) ou dix VES de taille 5 ($\delta=40$, équation (I.28)), en utilisant les CLP. L'écart entre ces deux estimations est inférieur à 3%. De plus, pour chacune de ces estimations l'écart par rapport à la borne supérieure obtenue en CLDH est faible, puisqu'il est inférieur à 4%.

Pour la suite, nous préférons utiliser des volumes de taille 4 dont les maillages sont plus faciles et plus rapides à construire.

$$\overline{K}_{\text{CLP}} = \begin{bmatrix} 262.2 & 56.26 & 57.32 & 0.156 & 0 & 0 \\ & 261.9 & 57.26 & -0.548 & 0 & 0 \\ & & 365.6 & -0.071 & 0 & 0 \\ & & & 204.7 & 0 & 0 \\ (S) & & & & 242.5 & -0.102 \\ & & & & & 242.2 \end{bmatrix} \text{ GPa} \quad (\text{I.28})$$

Le comportement homogène équivalent obtenu est de plus fortement anisotrope. Nous présentons sur la figure I.31 l'évolution du module d'élasticité en fonction de la direction de traction, où θ_{13} correspond à l'angle entre la direction de traction et la direction 1, pour une traction dans le plan (13). Une traction parallèle aux fibres¹ équivaut donc à $\theta_{13} = 90^\circ$. Une traction dans une direction non parallèle aux fibres (et donc également à la porosité) entraînera une forte chute de la rigidité, allant jusqu'à une baisse de 30% du module de Young apparent pour une traction perpendiculaire aux fibres, et ce pour une porosité de seulement 6,7%.

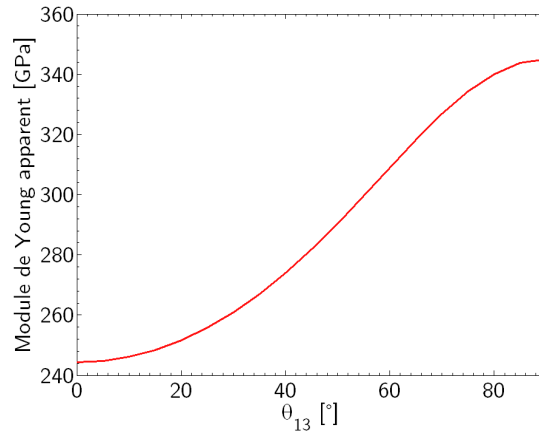


Figure I.31 – Evolution du module de Young apparent pour une traction dans le plan (13) en fonction de l'angle de traction θ_{13} par rapport à la direction 1 (comportement moyen, taille 5, en CLP)

1. Pour rappel, les fibres sont parallèles à la direction 3.

Nous pouvons noter pour finir que le tenseur moyen obtenu respecte les relations de l'isotropie transverse attendue (en plus des coefficients $\overline{K_{14}}$, $\overline{K_{24}}$ et $\overline{K_{34}}$ qui sont négligeables). Les relations, rappelées équation (I.29), sont vérifiées avec moins de 0,5% d'erreur.

$$\left\{ \begin{array}{l} \overline{K_{11}} = \overline{K_{22}} \\ \overline{K_{55}} = \overline{K_{66}} \\ \overline{K_{13}} = \overline{K_{23}} \\ \overline{K_{44}} = \overline{K_{11}} - \overline{K_{12}} \end{array} \right. \quad (\text{I.29})$$

Il ne faut cependant pas oublier que cette estimation ne constitue qu'une première approche du changement d'échelle. En effet nous avons constaté d'importants problèmes de séparabilité des échelles, puisque les variations du comportement apparent des seuls VES ($\delta=5$, $\delta=8$) dont la taille respecte raisonnablement la condition de séparabilité des échelles présentent des fluctuations trop marquées pour pouvoir être considérés comme des VER utilisables à l'échelle du toron. Ces fluctuations ne sont pour l'instant pas prises en compte mais il serait intéressant de les introduire et d'en évaluer l'effet dans un calcul à l'échelle du tissage (pour lequel une description fine de la répartition des fibres serait cependant trop lourde).

I.3.6 Etude de la sensibilité aux caractéristiques de la porosité

Nous venons de mettre en évidence la forte anisotropie et les problèmes de séparabilité des échelles de la microstructure du toron inhérents à la porosité résiduelle issue du procédé CVI. Nous allons montrer dans un premier temps que ces deux phénomènes sont directement liés à la géométrie particulière des pores. Dans un deuxième temps, nous montrerons grâce aux développements décrits précédemment que la qualité de l'infiltration de matrice a un impact important sur le comportement du toron.

I.3.6.1 Morphologie

La porosité résiduelle inhérente au procédé de fabrication du composite est la cause principale de la forte anisotropie et des problèmes de séparabilité des échelles du toron. Afin de mettre en évidence le rôle de la géométrie particulière des pores dans ce comportement complexe, le comportement de la microstructure simulant le procédé CVI est comparé à celui d'une microstructure dont la géométrie des pores est plus simple. Cette microstructure contient des pores circulaires dont la position (barycentre) et la surface coïncident avec celles des pores de la microstructure CVI (figure I.32). Les fibres et la matrice, ayant un faible contraste élastique, sont modélisées par une unique matrice homogène ayant un comportement élastique isotrope dont le module de Young est déterminé par une loi des mélanges (370 GPa). Le comportement mécanique de 25 VES (taille 4) de chaque microstructure est étudié, en considérant l'impact sur les problèmes de séparabilité des échelles et sur l'estimation du comportement homogène équivalent. L'ensemble des VES étudiés présente une fraction volumique de porosité moyenne de 6,6%.

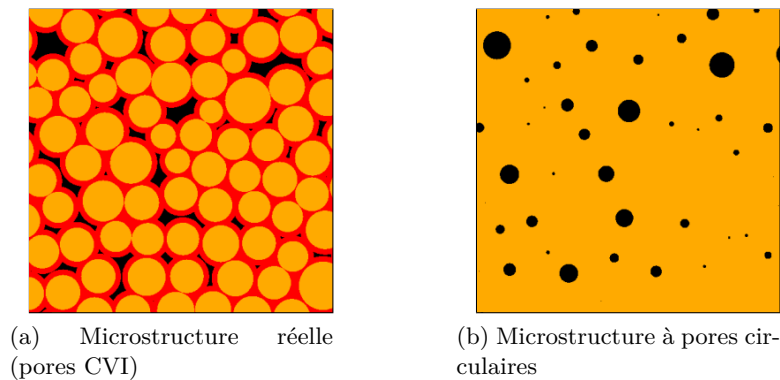


Figure I.32 – Exemple de correspondance entre les microstructures à pores CVI et circulaires

La figure I.33 présente la densité de probabilité caractérisant les fluctuations de K_{11} pour les deux types de microstructures et pour les différentes conditions aux limites. Elle montre une différence très nette entre les deux types de microstructure : les fluctuations sont beaucoup moins marquées dans le cas des pores circulaires, ainsi que l'écart entre les différentes conditions aux limites. De plus, la microstructure à pores circulaires présente un comportement beaucoup plus rigide.

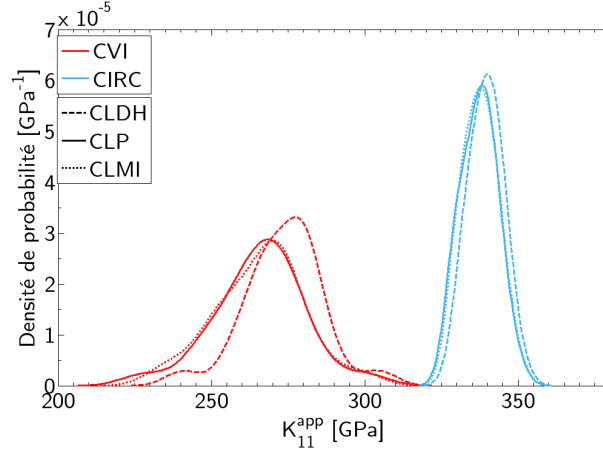


Figure I.33 – Caractérisation des fluctuations de K_{11} pour les 2 types de microstructure (densité de probabilité)

Le calcul de l'écart type relatif (équation (I.30)) des fluctuations de chaque coefficient confirme que ces dernières sont moins importantes dans le cas de la microstructure à pores circulaires. Bien que déjà faible pour la microstructure CVI, pour les pores circulaires il est inférieur à 2%, et ce pour tous les coefficients. Les fluctuations d'un VE à l'autre sont donc négligeables.

$$\text{ETR}_{\text{CLP}}^{\text{CVI/CIRC}} = \begin{vmatrix} 5.5/\mathbf{1.6} & 4.1/\mathbf{0.9} & 5.1/\mathbf{1.5} & - & - & - \\ & 4.5/\mathbf{1.6} & 4.0/\mathbf{1.5} & - & - & - \\ & & 0.8/\mathbf{0.7} & - & - & - \\ & & & 3.8/\mathbf{1.9} & - & - \\ & & & & 3.2/\mathbf{1.2} & - \\ & & & & & 2.4/\mathbf{1.2} \end{vmatrix} \% \quad (\text{I.30})$$

Les tenseurs moyens obtenus en CLP sur les deux types de microstructures sont détaillés en équation (I.31) (les données concernant les pores circulaires sont en gras). Nous observons un fort assouplissement dû à la morphologie des pores CVI. Tous les coefficients sont touchés, \overline{K}_{33} y étant bien sûr moins sensible.

$$\overline{K}_{\text{CLP}}^{\text{CVI/CIRC}} = \begin{bmatrix} 266/\mathbf{337} & 57/\mathbf{80} & 58/\mathbf{75} & 0.1/\mathbf{0.1} & 0 & 0 \\ & 267/\mathbf{337} & 58/\mathbf{75} & -0.3/\mathbf{0.1} & 0 & 0 \\ & & 366/\mathbf{373} & -0.1/\mathbf{0.0} & 0 & 0 \\ & & & 208/\mathbf{257} & 0 & 0 \\ (S) & & & & 244/\mathbf{276} & -0.3/\mathbf{0.1} \\ & & & & & 245/\mathbf{276} \end{bmatrix} \text{ GPa} \quad (\text{I.31})$$

Cet effet d'assouplissement apparaît très nettement sur l'évolution du module d'élasticité apparent présentée sur la figure I.34. L'anisotropie induite par la présence des pores parallèles aux fibres est aggravée par la morphologie de la porosité CVI, qui induit une chute de module trois fois plus importante (30% au lieu de 10%) par rapport à la morphologie circulaire dans le cas d'une traction transverse. Notons que le module élastique E_{33} dans la direction 3 ($\theta_{13}=90^\circ$) est identique pour les deux types de porosité, comme attendu avec des modules de Poisson ν identiques.

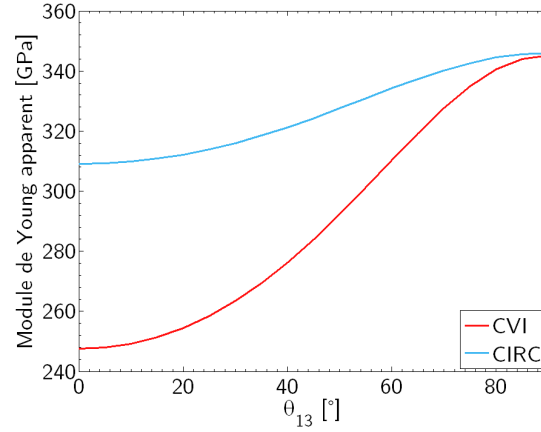


Figure I.34 – Evolution du module de Young apparent pour une traction dans le plan (13) en fonction de l'angle entre la direction de traction et la direction 1 (comportement moyen, taille 4, en CLP)

Enfin, les écarts entre conditions aux limites $|e_{CL}|$ (détaillés en équations (I.32) et (I.33)) deviennent négligeables si les pores sont circulaires. Le coefficient \overline{K}_{44} qui était le plus touché dans le cas de la microstructure CVI ne présente plus qu'un écart de 1%, que ce soit par rapport aux CLDH ou aux CLMI.

$$\left| \frac{\overline{K}_{CLDH} - \overline{K}_{CLP}}{\overline{K}_{CLP}} \right|^{CVI/CIRC} = \begin{vmatrix} 2.9/0.6 & 1.5/0.7 & 2.7/0.4 & - & - & - \\ & 2.9/0.6 & 2.7/0.4 & - & - & - \\ & & 0.2/0.0 & - & - & - \\ & & & 3.7/1.1 & - & - \\ & & & & 1.2/0.3 & - \\ & & & & & 1.1/0.3 \end{vmatrix} \% \quad (I.32)$$

$$\left| \frac{\overline{K}_{CLMI} - \overline{K}_{CLP}}{\overline{K}_{CLP}} \right|^{CVI/CIRC} = \begin{vmatrix} 0.0/0.1 & 0.9/1.0 & 0.1/0.1 & - & - & - \\ & 0.2/0.0 & 0.0/0.2 & - & - & - \\ & & 0.0/0.0 & - & - & - \\ & & & 2.6/0.9 & - & - \\ & & & & 0.5/0.1 & - \\ & & & & & 0.5/0.1 \end{vmatrix} \% \quad (I.33)$$

Remarque La taille des VES a également un effet sur les fluctuations et la réponse moyenne mécaniques de la microstructure à pores circulaires. Nous comparons à titre d'exemple (équation (I.34)) les écarts types relatifs caractérisant les fluctuations des coefficients obtenus précédemment en taille 4 à ceux obtenus sur 160 VES de taille 2 (les valeurs correspondant à la taille 2 sont en gras).

$$\text{ETR}_{\text{CLP}}^{\text{CIRC}, \delta=30/\delta=15} = \left| \begin{array}{cccccc} 1.6/\mathbf{6.9} & 0.9/\mathbf{4.7} & 1.5/\mathbf{6.4} & - & - & - \\ & 1.6/\mathbf{6.8} & 1.5/\mathbf{6.4} & - & - & - \\ & & 0.7/\mathbf{3.0} & - & - & - \\ & & & 3.8/\mathbf{8.2} & - & - \\ & & & & 3.2/\mathbf{5.2} & - \\ & & & & & 2.4/\mathbf{5.2} \end{array} \right| \% \quad (\text{I.34})$$

Les écarts entre conditions aux limites sont également un peu plus importants en taille 2 (voir équation (I.35) ci-dessous). Ces écarts sont cependant bien plus faibles que ceux de la microstructure CVI pour une taille de VES identique (écart type relatif compris entre 3% et 18%, écart entre CLP et CLDH compris entre 0,04% et 10%, voir §I.3.5).

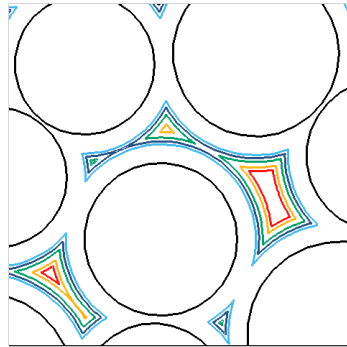
$$\left| \frac{\bar{K}_{\text{CLDH}} - \bar{K}_{\text{CLP}}}{\bar{K}_{\text{CLP}}} \right|^{\text{CIRC}, \delta=30/\delta=15} = \left| \begin{array}{cccccc} 0.6/\mathbf{1.8} & 0.7/\mathbf{1.2} & 0.4/\mathbf{1.2} & - & - & - \\ & 0.6/\mathbf{1.7} & 0.4/\mathbf{1.1} & - & - & - \\ & & 0.0/\mathbf{0.1} & - & - & - \\ & & & 1.1/\mathbf{3.5} & - & - \\ & & & & 0.3/\mathbf{1.0} & - \\ & & & & & 0.3/\mathbf{0.9} \end{array} \right| \% \quad (\text{I.35})$$

En outre, les coefficients des tenseurs moyens présentent un écart maximum de 1,5% entre les deux tailles des VES étudiées pour la microstructure à pores circulaires, qui est donc inférieur à l'écart obtenu (3%) entre les deux estimations (tailles 4 et 5) du comportement moyen de la microstructure réelle. L'écart maximum entre CLP et CLDH obtenu à partir de la taille 2 de la microstructure à pores circulaires (3.5%, équation (I.35)) est également similaire à l'écart obtenu à partir de la taille 5 de la microstructure CVI (4%). Il semble donc que des VES de taille 2 ($\delta = 15$) seraient suffisants pour estimer le comportement homogène équivalent de la microstructure à pores circulaires.

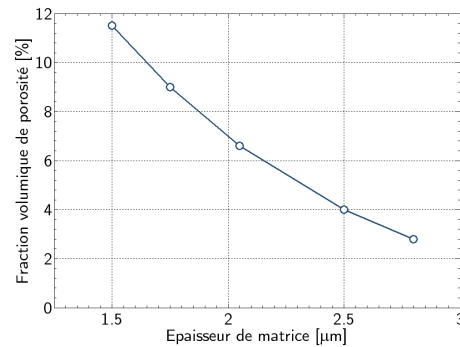
Ces résultats montrent que la morphologie des pores "réels" est responsable d'une aggravation des problèmes de séparabilité des échelles, en accentuant les fluctuations du comportement apparent et les écarts entre les différentes conditions aux limites. L'estimation du comportement homogène équivalent pour la microstructure à pores circulaires pourrait certainement être obtenue avec des VES plus petits et moins nombreux. La morphologie spécifique issue du procédé CVI est également responsable d'un fort adoucissement des propriétés mécaniques de la microstructure dans la direction transverse.

I.3.6.2 Fraction volumique

La porosité résiduelle est la conséquence du dépôt de la matrice par CVI. La fraction volumique de porosité, par l'intermédiaire de l'épaisseur de matrice, est donc représentative de la qualité du procédé. Afin d'évaluer l'impact de la qualité du procédé CVI sur le comportement mécanique du toron, cinq types de microstructure sont générés. Toutes possèdent les mêmes fibres, aux mêmes positions, mais des épaisseurs de matrice différentes (figure I.35a). Le comportement de 21 VES de taille 4 est étudié pour chaque microstructure. L'évolution de la fraction de porosité moyenne, pour les microstructures testées, en fonction de l'épaisseur de matrice simulée est représentée sur la figure I.35b.

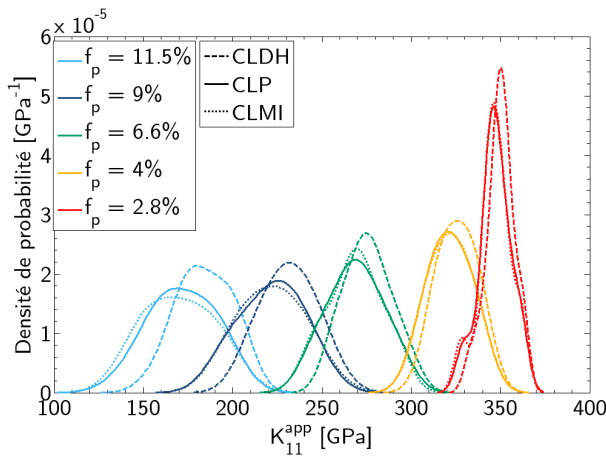


(a) Epaisseurs de matrice testées

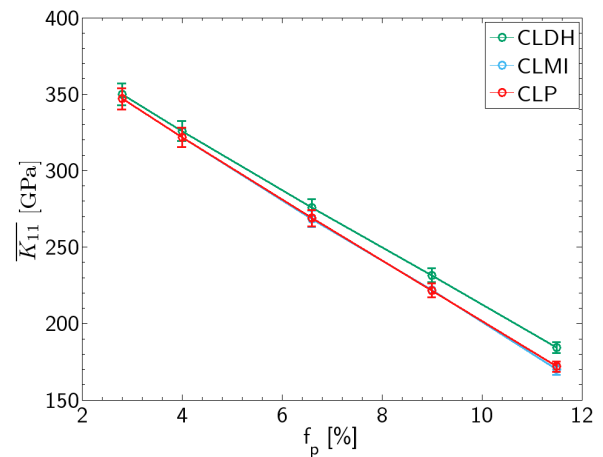


(b) Evolution de la fraction de porosité moyenne avec l'épaisseur de matrice

Figure I.35 – Simulation de différentes épaisseurs de matrice



(a) Densité de probabilité



(b) Evolution de la moyenne

Figure I.36 – Fluctuations et valeur moyenne de K_{11} en fonction de la fraction de porosité et des conditions aux limites

La figure I.36 présente deux effets d'une variation de porosité moyenne sur le coefficient K_{11} . Tout d'abord les fluctuations sont de plus en plus prononcées quand la fraction de porosité augmente. Il en est de même pour les écarts entre conditions aux limites : les distributions sont de plus en plus dissociées. L'effet le plus marquant concerne la forte diminution de \overline{K}_{11} , linéaire sur l'intervalle de porosité étudié [2,8%-11,5%], qui passe de 265 à 170 GPa lorsque la fraction de porosité augmente de 6,6% à 11,5%.

Nous observons les mêmes effets sur la totalité des coefficients. Les variations des écarts types relatifs représentées sur la figure I.37 montrent que les fluctuations sont plus marquées quand la porosité augmente, pour chaque coefficient, celui-ci étant multiplié par 2 entre 6% et 12% de porosité pour les coefficients les plus sensibles. Si nous considérons les coefficients moyens, l'écart entre les conditions aux limites e_{CL} (défini équation (I.26)) peut devenir très important, même entre les CLP et les CLMI (jusqu'à 10% pour 12% de porosité, voir figure I.38). Le coefficient \overline{K}_{44} est encore le plus sensible au changement de conditions aux limites, comme dans l'étude du comportement moyen §I.3.5.

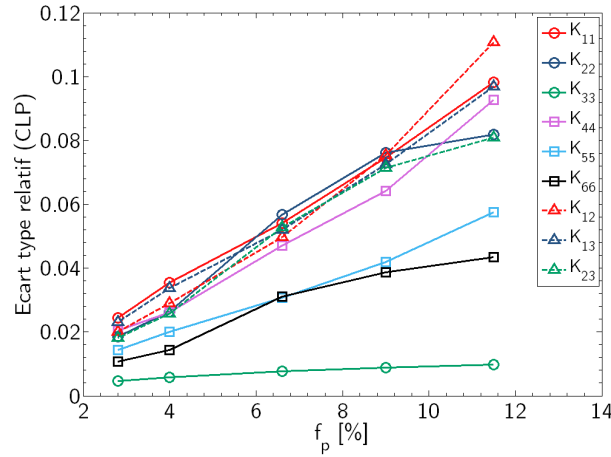


Figure I.37 – Evolution de l'écart type relatif des coefficients en fonction de la fraction de porosité

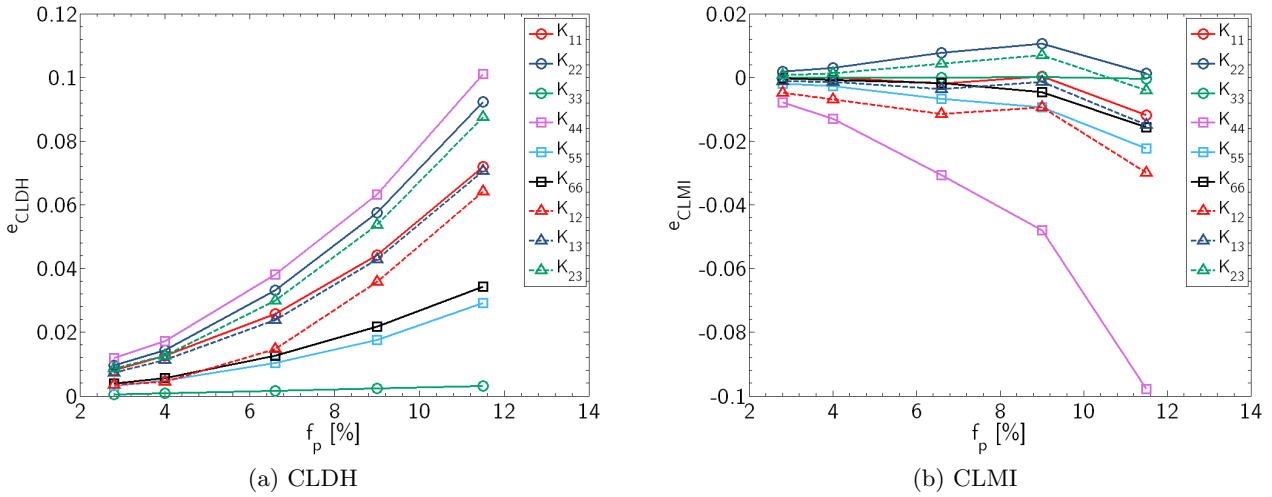


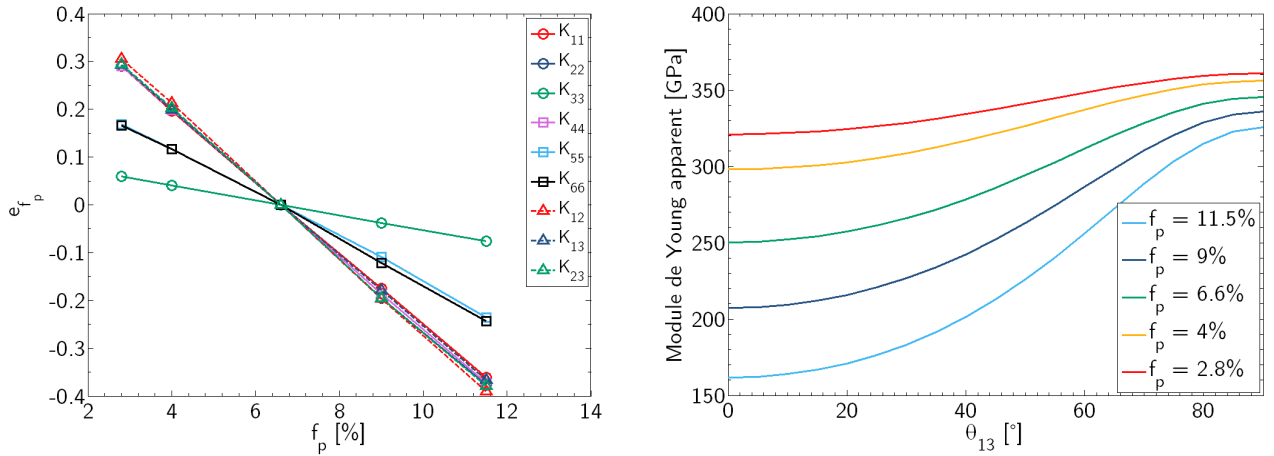
Figure I.38 – Evolution de l'écart relatif e_{CL} des coefficients moyens en CLDH (a) et en CLMI (b) par rapport aux CLP

En plus d'aggraver les problèmes de séparabilité des échelles, l'augmentation de la porosité a un fort impact sur le comportement moyen de la microstructure. En effet, nous observons sur la figure I.39a, par l'intermédiaire de l'écart relatif e_{f_p} défini en équation (I.36), une forte diminution de tous les coefficients du tenseur moyen. Une augmentation de la fraction de porosité de 6,6% à 11,5% entraîne une diminution d'environ 40% de la majorité des coefficients. Comme nous l'avons observé pour \overline{K}_{11} précédemment, la diminution des coefficients en fonction de la fraction de porosité est linéaire sur l'intervalle étudié.

Enfin, notons également qu'une augmentation de la fraction de porosité accentue fortement l'anisotropie (chute du module de 50% pour une fraction de porosité de 11,5%, voir figure I.39b).

$$e_{f_p}(K_{ij}) = \frac{\overline{K_{ij}}(f_p) - \overline{K_{ij}}(f_p = 6,6\%)}{\overline{K_{ij}}(f_p = 6,6\%)} \quad (\text{I.36})$$

En plus d'augmenter la fraction de porosité moyenne, la diminution de l'épaisseur de matrice déposée s'accompagne d'une modification de sa "morphologie" : les pores sont de moins en moins isolés, allant jusqu'à initier un phénomène de percolation (figure I.35a). La part des pores de grande surface dans la section poreuse devient beaucoup plus importante. Les effets de ce phénomène doivent en partie expliquer la forte chute des propriétés élastiques moyennes.



(a) Evolution de l'écart relatif e_{f_p} entre les valeurs moyennes de chaque coefficient aux différentes fractions de porosité par rapport à la valeur obtenue pour $f_p=6,6\%$

(b) Evolution du module de Young apparent pour une traction dans le plan (13) en fonction de l'angle entre la direction de traction et la direction 1

Figure I.39 – Effet de la fraction de porosité sur le comportement mécanique moyen en CLP ($\delta = 30$)

I.3.7 Distribution des contraintes locales

Nous venons d'aborder la notion de VER mécanique du point de vue du comportement moyen du volume. Cependant, le VER doit non seulement permettre de décrire le comportement moyen de la microstructure, mais aussi de rendre compte des champs locaux. Il est d'autant plus important de bien décrire les hétérogénéités de contrainte dans les composites SiC/SiC que l'endommagement transverse du toron est déclenché par des ruptures matricielles, et donc fortement dépendant des hétérogénéités de contrainte dans la matrice.

Comme nous l'avons montré précédemment, il n'est pas possible de définir un VER pour le toron. Nous vérifions donc dans un premier temps que la méthode utilisée pour estimer le comportement homogène équivalent (*i.e.* comportement moyen de plusieurs VES) permet également de rendre compte des champs locaux. L'effet de la fraction de porosité sur les hétérogénéités de contrainte est mis en évidence dans un second temps.

I.3.7.1 Effets de la taille et des conditions aux limites

Comme nous l'avons présenté §I.3.2, les champs locaux issus de six cas de chargements indépendants ont été calculés par éléments finis afin d'estimer le comportement apparent, et ce pour l'ensemble des VES de cinq tailles distinctes (tableau I.5). Nous étudions ici les distributions de la contrainte σ_{11} dans les VES soumis à une traction macroscopique simple¹ de 100 MPa dans la direction 1 (une des deux directions transverse). La figure I.40 présente les densités de probabilité de σ_{11} moyennes (sur l'ensemble des VES de chaque taille) obtenue dans les fibres et dans la matrice pour les cinq tailles de VES étudiées en CLP.

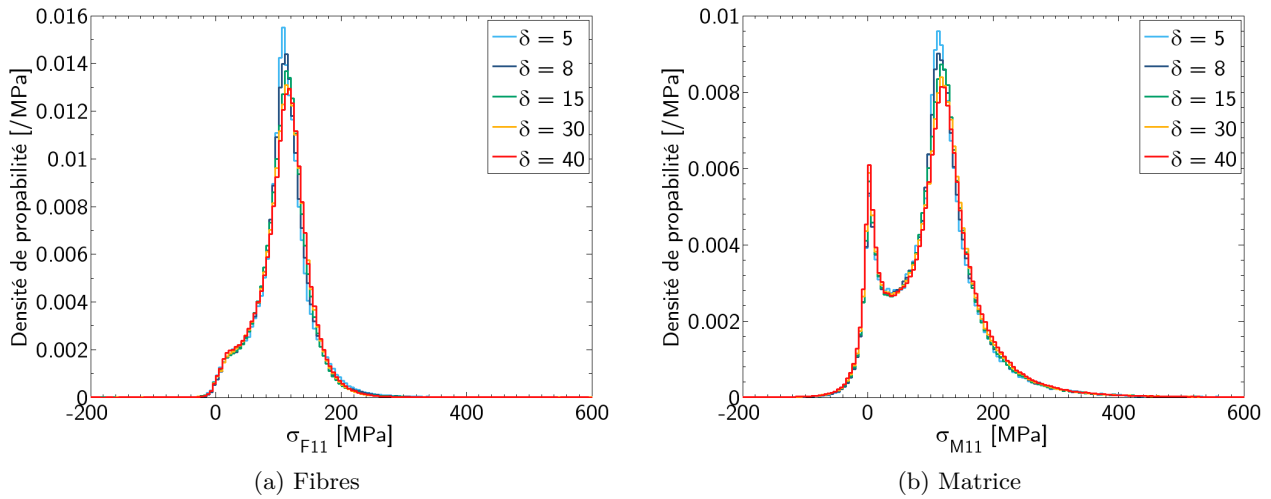


Figure I.40 – Densités de probabilité moyennes de σ_{11} dans les fibres et dans la matrice pour une traction macroscopique simple de 100 MPa dans la direction 1 (pour chaque taille de VES en CLP)

1. Les calculs mécaniques ont été réalisés en déformation moyenne imposée. Les champs pour une contrainte moyenne imposée sont donc calculés, en post-traitement, à partir des réponses issues des six chargements élémentaires (en déformation imposée) et du tenseur des souplesses apparent.

Avant de discuter de la représentativité des VES, il doit être souligné que *la porosité mène à une très forte hétérogénéité de contraintes et à une allure spécifique des densités de probabilité, en particulier pour la matrice*. En effet, σ_{M11} varie principalement entre -50 et 400 MPa pour une contrainte macroscopique de seulement 100MPa. Les contraintes sont de plus distribuées autour de deux pics principaux. Le pic le plus prononcé, situé autour de 100 MPa environ, représente l'essentiel de la population des contraintes. Par contre, le premier pic autour de 0 MPa traduit la présence d'un nombre important de *zones totalement déchargées* (en bordure de pores de taille importante). Des *zones de concentrations de contraintes importantes* (singularités des pores) sont également présentes et apparaissent en queue de distribution sur les histogrammes, au dessus de 300 MPa. Ces phénomènes pourront être observés sur la cartographie de σ_{11} dans un VES §I.3.7.2 figure I.44c. Ils sont beaucoup moins marqués pour les fibres qui ne sont pas en contact direct avec la porosité, et présentent donc des distributions plus resserrées et des contraintes nulles beaucoup moins représentées.

Ensuite, nous observons que *la taille à peu d'effet sur les densités de probabilité moyennes*¹. La principale différence se situe au niveau du second pic qui est plus prononcé pour les faibles δ dans la matrice, traduisant une part légèrement plus faible de zone déchargée pour les VES de petite taille. Cette différence devient infime à partir de $\delta=30$ (taille 4), taille de VES retenue pour estimer le comportement homogène équivalent.

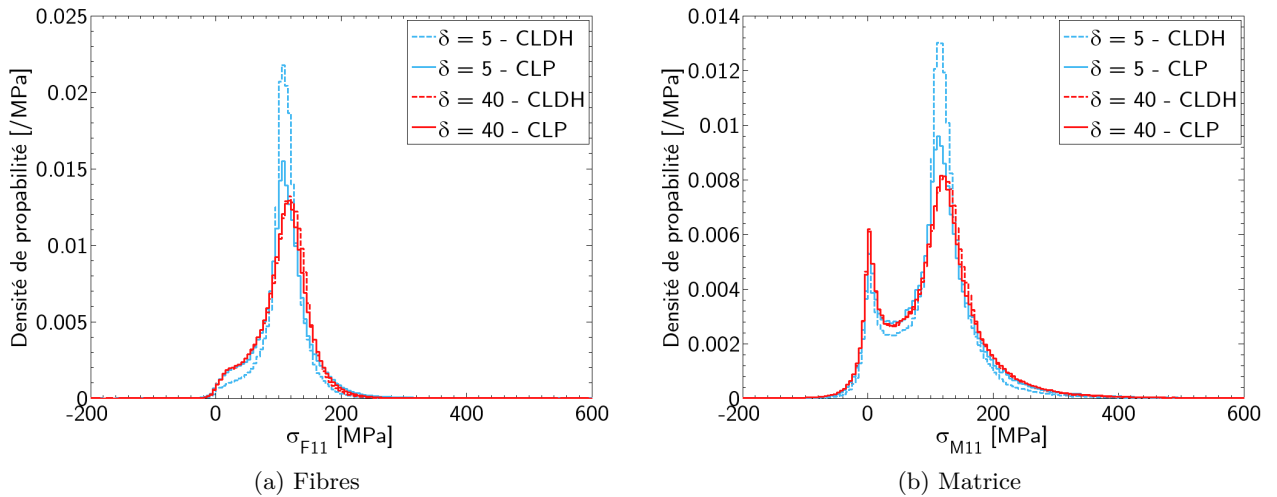


Figure I.41 – Effet des CL sur les densités de probabilité moyennes de σ_{11} dans les fibres et dans la matrice

Les effets des conditions aux limites sont mis en évidence sur la figure I.41. Le second pic est plus prononcé et plus étroit pour les CLDH et une taille de VES faible, traduisant des hétérogénéités de contrainte un peu moins marquées. Cette sensibilité aux CL diminue avec la taille des VES, comme l'illustre la figure I.42 qui présente les QQ-plots (diagrammes quantiles-quantiles) associés aux distributions issues des calculs en CLP et en CLDH pour les cinq tailles considérées.

Un QQ-plot est réalisé en reportant en abscisses et en ordonnées les quantiles de deux distributions, où, si F désigne la fonction de répartition associée à la densité de probabilité f , le quantile $x(a)$ est défini par $a = F[x(a)]$. Ainsi, si deux distributions sont identiques, leurs quantiles sont égaux et le QQ-plot correspondant est une droite de pente 1 ($x = y$). Ce type de diagramme est donc souvent

1. Les QQ-plots comparant les distributions moyennes de chaque taille à celle de $\delta = 40$ sont tous très proches de la première bissectrice $x = y$.

utilisé pour évaluer la similitude entre deux distributions (par exemple par TRIAS et al. [Tri06b] dans une étude similaire).

Nous constatons donc que les distributions de σ_{11} sont quasi-identiques en CLP et en CLDH pour $\delta = 30$ et $\delta = 40$. Pour les volumes plus petits, les écarts entre les deux types de distributions sont d'autant plus accentués que les VES sont petits, notamment en ce qui concerne la contrainte matricielle. Les différences notables se situent de plus en queue de distribution (contraintes élevées), là où une bonne description des contraintes est nécessaire pour prévoir l'endommagement transverse.

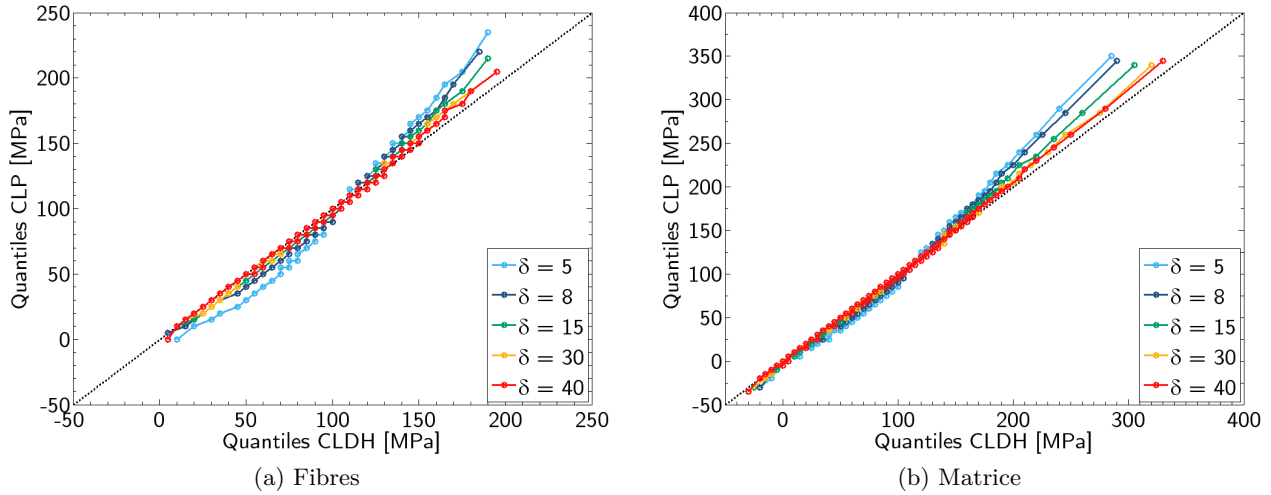


Figure I.42 – QQ-plots de σ_{11} dans les fibres et dans la matrice pour chaque taille de VES : comparaison des distributions de σ_{11} calculé en CLDH et CLP

Il est donc bien nécessaire (et suffisant) de considérer le comportement moyen de VES de taille 4 ($\delta = 30$) pour estimer les distributions de contrainte locale sans effet notable de la taille du VES ni des conditions aux limites.

I.3.7.2 Effet de la fraction de porosité

La figure I.43 présente pour finir les effets d'une variation de la fraction de porosité moyenne sur les densités de probabilité moyennes de σ_{11} en CLP (pour les mêmes VES de taille 4 utilisés pour l'étude de sensibilité du comportement moyen §I.3.6.2). Les cartographies correspondantes pour un VES donné (répartition identique des fibres avec une variation de l'épaisseur de matrice) sont présentées sur la figure I.44.

Comme nous l'avons mis en évidence pour le comportement moyen, une faible variation d'épaisseur de matrice (entraînant une variation de porosité) a des conséquences importantes sur les distributions locales des contraintes dans le toron. En effet, on observe que plus la fraction de porosité augmente, plus la proportion de zones totalement déchargées est importante et, surtout, plus les valeurs des concentrations de contrainte sont élevées (étalement du deuxième pic).

Les effets de connexions entre pores qui apparaissent avec la diminution de l'épaisseur de matrice, évoqués précédemment concernant le comportement moyen, sont mis en évidence sur les cartographies (figure I.44). Une fraction de porosité faible, liée à une épaisseur plus importante de matrice, donne naissance à des zones de concentrations de contraintes ponctuelles et isolées, réparties dans un champ de contrainte relativement uniforme. Plus la fraction de porosité augmente, *i.e.* moins le

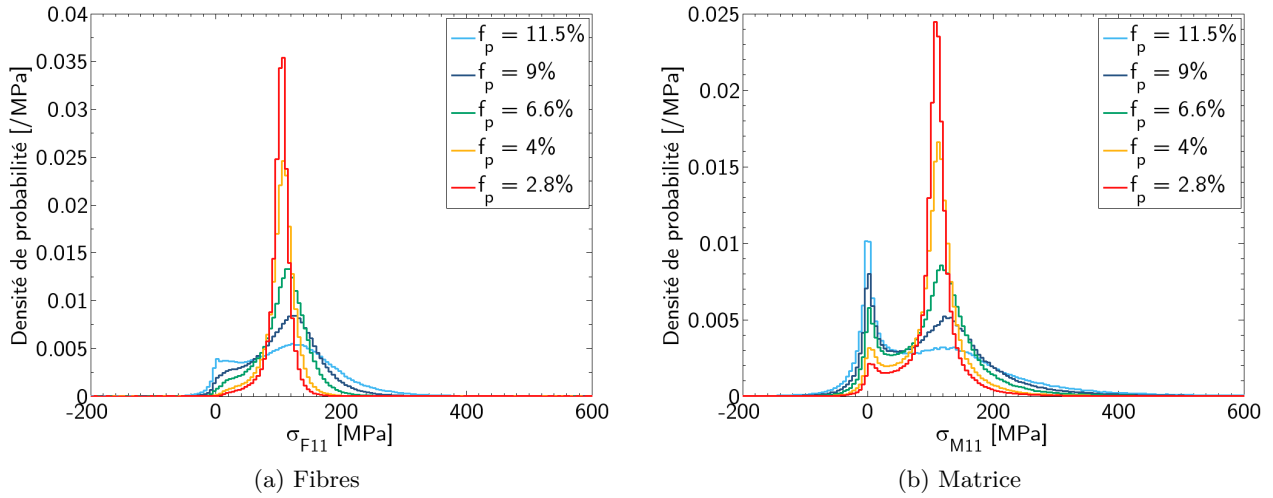


Figure I.43 – Densités de probabilité moyennes de σ_{11} dans les fibres et dans la matrice pour une traction macroscopique simple de 100 MPa dans la direction 1 (pour différentes fractions de porosité en CLP)

dépôt de matrice est épais, plus les zones de concentrations de contraintes s'étalent, allant jusqu'à créer des "bandes" dans la direction de sollicitation pour la fraction de porosité la plus importante. Ce phénomène s'accompagne d'une augmentation notable de la taille des zones déchargées.

Cette tendance est observée dans tout le composite, mais est très marquée pour les contraintes matricielles. *La fraction de porosité aura donc un rôle fondamental dans l'initiation de l'endommagement transverse.*

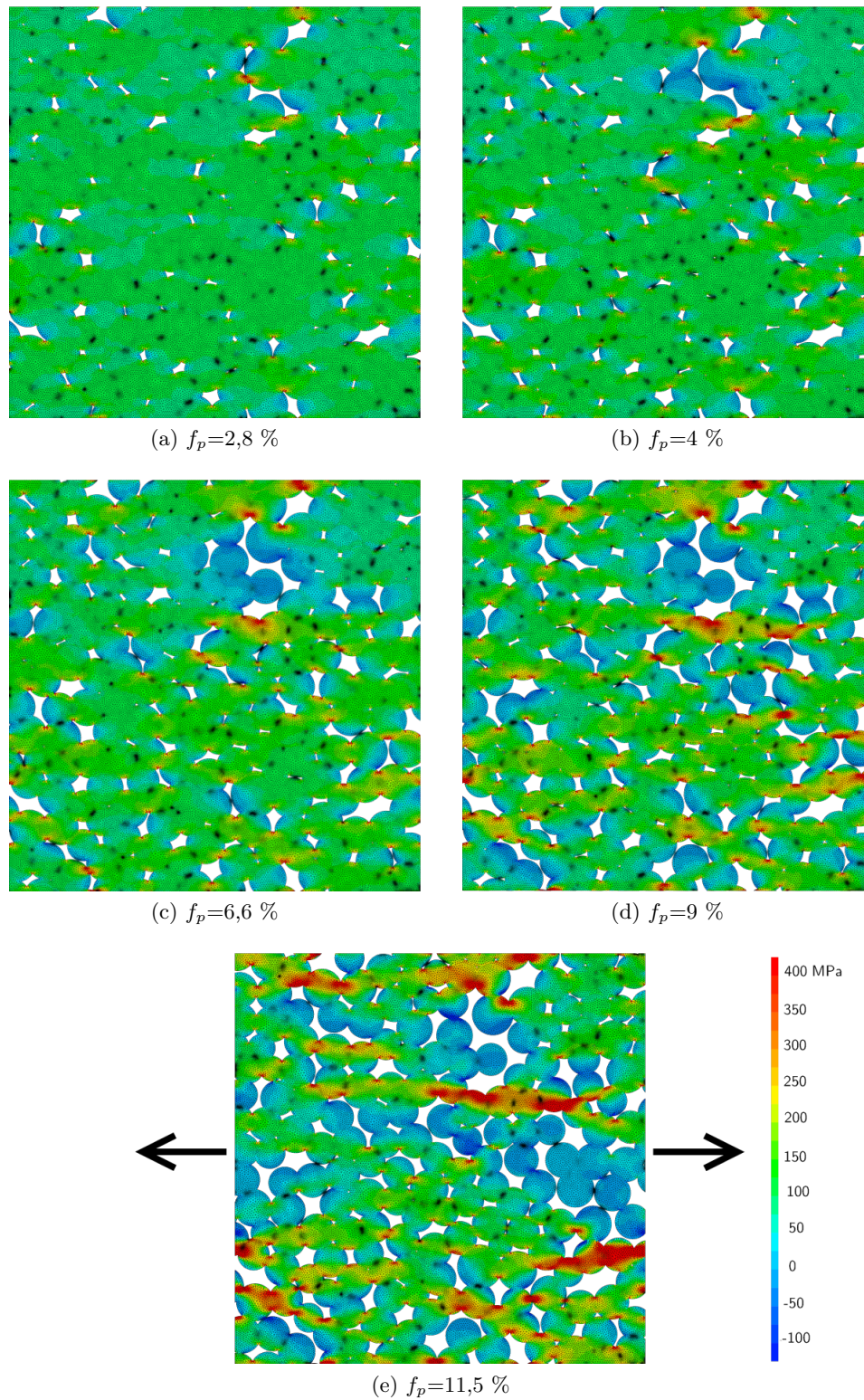


Figure I.44 – Cartographies de σ_{11} dans un VES de taille 4 ($\delta = 30$) en traction transverse simple de 100 MPa pour différentes fractions de porosité (variation de l'épaisseur de matrice). L'échelle de couleur est identique pour toutes les cartographies.

I.4 SYNTHÈSE

Nous abordons dans ce premier chapitre la modélisation du comportement élastique du toron, en nous appuyant sur une caractérisation microstructurale fine. Une microstructure virtuelle conforme aux observations est générée afin d'étudier de manière statistique le comportement mécanique du toron et de pouvoir tester les effets de certaines propriétés des constituants.

Une caractérisation détaillée de la microstructure est proposée. Elle s'appuie sur des analyses d'images MEB qui permettent de décrire précisément la microstructure : en plus des fractions surfaciques moyennes de fibres et de porosité, l'arrangement des fibres est caractérisé par des descripteurs statistiques d'ordres 1 et 2, et les distributions de tailles de pore sont également discutées. Nous mettons ainsi en évidence *la forte hétérogénéité de la microstructure* (un toron ne suffit pas pour la caractériser).

Afin de représenter au mieux la géométrie spécifique de la porosité, un tirage de points pour générer les centres de fibre, reposant sur un algorithme de réarrangement des particules, est mis en place. Il permet notamment d'obtenir une fraction de fibres conforme aux observations qui n'est pas accessible par tous les modèles de génération aléatoire de fibres. *L'arrangement des fibres est de plus validé par les descripteurs statistiques microstructuraux déterminés expérimentalement. Les distributions de tailles de pore sont également en bonne adéquation avec la porosité observée expérimentalement.*

La génération de microstructure permet de simuler un grand nombre de Volumes Élémentaires (VE) pour aborder la notion de Volume Élémentaire Représentatif (VER). Chacun de ces VE permet alors de rendre compte d'une partie de l'hétérogénéité de la microstructure. Le problème d'homogénéisation élastique est résolu par éléments finis en utilisant des Conditions aux Limites en Déformation Homogène, Périodiques et Mixtes. L'étude du comportement apparent d'un grand nombre de VE de cinq tailles différentes met en évidence un problème de séparabilité des échelles. Le comportement apparent est trop sensible à la réalisation statistique si le VE est trop petit. Les fluctuations ne peuvent être négligées que pour des VE très grands. Le VER est donc trop grand par rapport aux dimensions du toron pour que son comportement homogène équivalent puisse être utilisé à l'échelle supérieure. *Cette microstructure ne respecte donc pas le critère de séparabilité des échelles et un comportement homogène équivalent ne peut pas en toute rigueur être défini pour le toron.*

L'homogénéisation du toron ne peut donc pas être effectuée de la manière "classique", puisqu'il est nécessaire de tenir compte des importantes fluctuations du comportement apparent du toron dans un calcul de structure à l'échelle du tissage. Cet aspect demeure un problème ouvert. *En première approximation, les fluctuations sont négligées et une estimation du comportement équivalent est proposée en réalisant la moyenne des comportements apparents de plusieurs Volumes Élémentaires Statistiques (VES), plus petits que le VER.* Nous montrons que la moyenne réalisée à partir de 15 VES contenant environ 190 fibres en moyenne ($\delta=40$) permet d'obtenir une estimation satisfaisante du comportement homogène équivalent puisqu'elle est peu dépendante des conditions aux limites et de la taille des VES. Cette estimation permet également de constater *la forte anisotropie du toron.*

Afin de montrer que ces phénomènes (anisotropie et problème de séparabilité des échelles) sont fortement liés à la géométrie spécifique des pores, une étude de la sensibilité du comportement mécanique à la porosité est réalisée. Elle montre que *la morphologie spécifique des pores est responsable d'un adoucissement des propriétés élastiques transverses*, par rapport à une microstructure à pores circulaires. De plus, en faisant varier l'épaisseur du dépôt de matrice, nous observons un adoucissement beaucoup plus marqué quand la fraction de porosité augmente. *Certains coefficients du tenseur moyen peuvent en effet chuter de 40% lorsque la porosité augmente de 6,6% à 11,5%.* Ces effets sur le comportement moyen s'accompagnent, aussi bien concernant la morphologie des pores que la fraction

volumique de porosité, d'une aggravation des problèmes de séparabilité des échelles en accentuant les fluctuations et les écarts entre conditions aux limites.

Enfin, *ces résultats sur le comportement macroscopique de la microstructure sont confirmés par l'étude des champs locaux pour une sollicitation en traction dans une direction transverse*. Les distributions moyennes de contrainte locale, pour la taille de VES retenue, sont indépendantes de la taille du VES et des conditions aux limites. Surtout, les champs de contraintes locaux observés mettent en évidence, dans la matrice, d'*importantes hétérogénéités de contrainte* avec des zones de *relâchement* et des zones de *forte concentration de contrainte* qui sont rapidement accentuées si la fraction de porosité augmente (de 6,6% à 11,5%).

En plus d'enrichir l'étude du comportement élastique, l'analyse des hétérogénéités de contrainte ouvre la voie à l'étude de l'endommagement transverse correspondant à des ruptures matricielles, et donc directement lié aux concentrations de contrainte dans la matrice. Nous n'aborderons cependant pas cet aspect de l'endommagement et nous concentrons sur l'étude de l'endommagement longitudinal dans les chapitres suivants.

Caractérisation expérimentale de l'endommagement

Au-delà du comportement élastique, les composites SiC/SiC présentent un comportement mécanique non-linéaire causé par l'accumulation de phénomènes d'endommagement tels qu'une fissuration de la matrice, des décohésions interfaciales fibre/matrice et des ruptures de fibre. Nous nous intéresserons dans ce chapitre à la caractérisation de ces phénomènes dans le cas d'une sollicitation dans la direction des fibres.

Comme nous le verrons au chapitre III, les modèles micromécaniques unidirectionnels de l'endommagement longitudinal permettent d'accéder à des grandeurs microscopiques comme la longueur des fragments matriciels ou l'ouverture des fissures, mais ne peuvent être validés expérimentalement qu'en comparant les réponses macroscopiques et les pas de fissuration moyens post-mortem. En effet, l'absence de caractérisation locale des phénomènes d'endommagement limite les comparaisons au niveau des phénomènes locaux. Une caractérisation plus fine de l'endommagement est donc nécessaire pour valider, et éventuellement améliorer, de tels modèles à l'échelle locale.

Grâce à leur géométrie simple, les minicomposites sont des matériaux modèles adéquats pour étudier les mécanismes d'endommagement à l'échelle du toron. Ils peuvent également être utilisés pour optimiser l'interphase entre fibre et matrice, qui, grâce à la déviation des fissures, joue un rôle majeur dans le comportement non-linéaire du composite [Mor97, Ber01, Sau10].

Ainsi, en plus des essais de traction macroscopiques classiques dont la fissuration peut-être caractérisée post-mortem, deux types d'essais in-situ ont été développés, permettant d'obtenir des informations complémentaires sur les mécanismes d'endommagement. Le premier, effectué en tomographie (en rayonnement synchrotron à l'ESRF), permet de caractériser la fissuration matricielle et les ruptures de fibre au sein du minicomposite. Des observations sous charge et post-mortem, utilisant des images 3D et des radiographies, ont permis de caractériser la morphologie spécifique et la propagation des fissures matricielles, ainsi que la distribution des ruptures de fibre.

Le second type d'essai in-situ, effectué en Microscopie Electronique à Balayage, est nécessaire pour obtenir des données statistiques sur la cinétique d'apparition des fissures et leur ouverture. Des observations à différents niveaux de charges permettent notamment de mettre en évidence l'impact de la distance inter-fissure et, surtout, d'acquérir une quantité de données conséquente sur l'évolution des ouvertures de fissure en fonction de la force appliquée, qui seront directement comparables à des résultats de modèles d'endommagement à l'échelle locale.

Sommaire

II.1	Présentation du matériau étudié : le minicomposite	65
II.1.1	Aspects microstructuraux	65
II.1.2	Comportement mécanique	67
II.1.2.1	Essais de traction macroscopiques	67
II.1.2.2	Endommagement	67
II.2	Caractérisation tomographique	70
II.2.1	Protocole expérimental	70
II.2.2	Détection des phénomènes d'endommagement	73
II.2.2.1	Analyse des radiographies (obs. B et C)	73
II.2.2.2	Analyse des images de tomographie (obs. A)	73
II.2.3	Résultats des observations	77
II.2.3.1	Fissuration matricielle	77
II.2.3.2	Ruptures de fibre	82
II.3	Essais in-situ sous MEB	84
II.3.1	Procédures expérimentales	84
II.3.1.1	Montage de l'essai	84
II.3.1.2	Observation de la fissuration matricielle	86
II.3.2	Résultats	87
II.3.2.1	Comportement macroscopique	87
II.3.2.2	Position des fissures	88
II.3.2.3	Ouvertures de fissure	90
II.3.2.4	Limitations	94
II.4	Synthèse	95

II.1 PRÉSENTATION DU MATÉRIAU ÉTUDIÉ : LE MINICOMPOSITE

II.1.1 Aspects microstructuraux

Les minicomposites étudiés ont été élaborés par CVI (C.SAUDER,CEA/DEN/DMN/DMN/SRMA [Sau10]) à partir d'un fil constitué d'environ 500 fibres Hi-Nicalon S, de diamètre moyen $13\text{ }\mu\text{m}$ (comme un toron dans le composite tissé). L'épaisseur de l'interphase de pyrocarbone est identique à celle déposée dans le composite 2D étudié dans le chapitre I. Notons que la quantité de matrice est par contre un peu plus faible, et la porosité résiduelle est donc plus élevée (ce qui est généralement le cas dans les minicomposites). La figure II.1 présente une section de ces minicomposites ainsi qu'une vue des constituants.

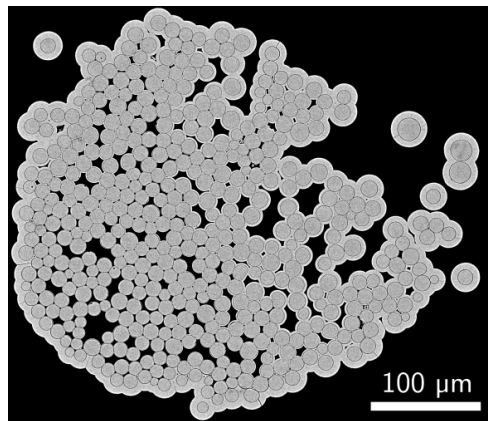


Figure II.1 – Section transverse d'un minicomposite (MEB-FEG)

Tous les minicomposites testés lors des essais présentés dans ce chapitre proviennent du même lot de fabrication (essais macroscopiques, in-situ tomographie et in-situ MEB). Des polissages de sections transverses ont été effectués pour chacun des minicomposites sollicités. Soulignons que les composites SiC/SiC, et en particulier les minicomposites (échantillons fragiles et de petite taille), nécessitent des procédures expérimentales spécifiques pour obtenir une bonne préparation de surface. La découpe des minicomposites a notamment été réalisée après enrobage des minicomposites. L'infiltration a également été effectuée sous vide pour que la résine s'insère dans la porosité et donc pour minimiser l'endommagement du matériau lors du polissage (arrachements).

Le tableau II.1 résume les résultats des mesures de sections par analyse d'image (procédures similaires à celles utilisées pour caractériser les torons dans le chapitre I §I.1.1). Afin de caractériser les variations de section au sein d'un même minicomposite, plusieurs polissages (espacés d'au moins 1 cm) ont été effectués sur trois de ces minicomposites (Tomo-E1, MEB-E3 et MEB-E4).

Ces minicomposites présentent une fraction de porosité¹ moyenne de 12% pour une fraction surfacique de fibres moyenne de 58% (66% si la surface poreuse n'est pas prise en compte dans la surface totale). Les fluctuations de section totale (de l'ordre de 10%) et de fractions surfaciques (jusqu'à 17% d'écart relatif pour les fractions de porosité et de matrice) sont relativement importantes d'une éprouvette à l'autre mais aussi au sein du même minicomposite (jusqu'à 9%). Ces hétérogénéités rendent peu représentative une unique mesure de section associée à un minicomposite. *Nous retiendrons donc les valeurs moyennes des sections et l'ordre de grandeur des fluctuations pour l'ensemble du lot de*

1. Les pores ouverts situés en périphérie ne sont pas pris en compte dans le calcul de la section de porosité (ce sera également le cas pour les mesures de sections sur les images tomographiques, voir figure II.17)

minicomposites. De plus, la section variant le long d'un minicomposite, il est délicat de définir une contrainte globale (spécifique à chaque éprouvette). *Les essais seront donc suivis par une mesure de force et la contrainte estimée à titre indicatif à partir de la même section moyenne pour tous les minicomposites de ce lot.*

Echantillon	Sections [mm ²]		Fractions surfaciques				
	$S_F + S_M + S_P$	$S_F^* + S_M^*$	f_F	f_M	f_P	f_F^*	f_M^*
Cyclé	0.105	0.092	0.59	0.29	0.12	0.67	0.33
Monotone-E1	0.127	0.109	0.48	0.38	0.14	0.56	0.44
Monotone-E2	0.125	0.105	0.51	0.33	0.16	0.61	0.39
Monotone-E3	0.112	0.095	0.55	0.30	0.15	0.64	0.36
Tomo-E1 (a)	0.111	0.098	0.53	0.35	0.12	0.60	0.40
Tomo-E1 (b)	0.112	0.099	0.58	0.30	0.12	0.66	0.34
Tomo-E1 (c)	0.108	0.095	0.56	0.31	0.12	0.64	0.36
Tomo-E1 (d)	0.106	0.097	0.58	0.33	0.08	0.64	0.36
Tomo-E1 (e)	0.115	0.104	-	-	0.10	-	-
MEB-E1	0.101	0.089	0.66	0.22	0.12	0.75	0.25
MEB-E2	0.105	0.093	0.64	0.25	0.11	0.72	0.28
MEB-E3 (a)	0.098	0.086	0.64	0.24	0.12	0.72	0.28
MEB-E3 (b)	0.099	0.087	0.64	0.24	0.12	0.72	0.28
MEB-E3 (c)	0.103	0.090	0.62	0.25	0.13	0.71	0.29
MEB-E4 (a)	0.117	0.103	0.56	0.32	0.12	0.64	0.36
MEB-E4 (b)	0.123	0.109	0.51	0.37	0.11	0.58	0.42
Moyenne	0.110	0.097	0.58	0.30	0.12	0.66	0.34
Ecart type	0.009	0.007	0.05	0.05	0.02	0.06	0.06

Tableau II.1 – Sections totales et fractions surfaciques mesurées à partir des sections transverses (F : Fibres, M : Matrice; P : Pores; la colonne de gauche intègre la surface poreuse, contrairement à la colonne de droite). Les minicomposites sont désignés par le type de sollicitation (monotone ou cyclée pour les essais macroscopiques) ou d'observation (Tomo ou MEB) et leur numéro d'essai i (Ei). Notons que les mesures de la section Tomo-E1(e) sont issues des observations tomographiques présentées ultérieurement.

II.1.2 Comportement mécanique

II.1.2.1 Essais de traction macroscopiques

Le comportement en traction (élastique endommageable) de ces composites est connu (il a été récemment caractérisé pour différents types de minicomposite par SAUDER et al. [Sau10]). Afin de caractériser le lot étudié, trois essais de traction monotone (dans le sens des fibres) et un essai de traction cyclé ont été effectués sur une machine de traction macroscopique, à température ambiante (vitesse de sollicitation constante de 0,03 mm/min). L'effort est mesuré en continu par une cellule de force de 500 N et la déformation globale déduite de la mesure de déplacement de la traverse corrigée de la complaisance de la machine. Les minicomposites sont collés dans des talons cylindriques métalliques qui sont serrés dans les mors [Sau10]. Le serrage est effectué de manière progressive pour obtenir le meilleur alignement possible. Les éprouvettes ont une longueur utile d'environ 25 mm.

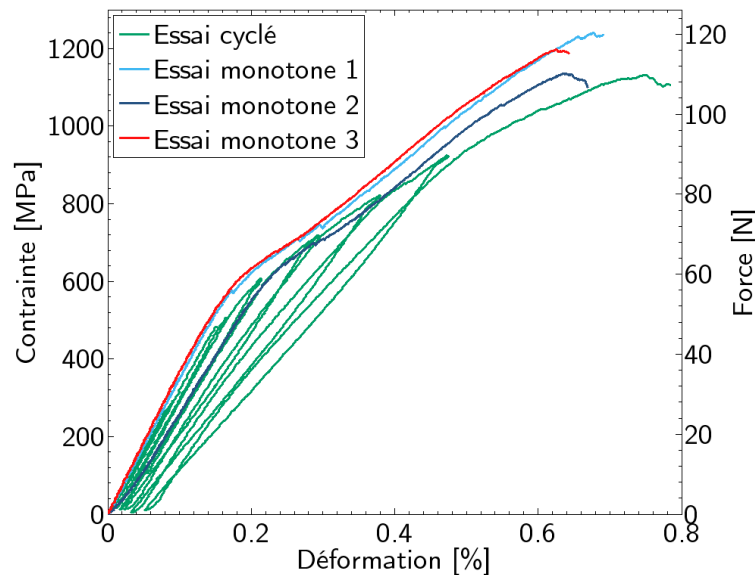


Figure II.2 – Courbes contrainte/déformation obtenues avec une machine de traction classique

Les courbes contrainte/déformation obtenues pour les quatre éprouvettes testées sont présentées sur la figure II.2. Comme les composites tissés, les minicomposites ont un comportement élastique endommageable. L'essai cyclé met en évidence la chute progressive du module de Young et l'apparition d'une faible déformation résiduelle suite à l'endommagement. On observe également une bonne reproductibilité entre les différents essais. La phase élastique initiale est caractérisée par un module de Young d'environ 350 GPa (± 40 GPa) et une limite de linéarité à environ 0,1% de déformation (≈ 40 N ou 410 MPa). Les ruptures ont lieu entre 110 N (1130 MPa) et 120 N (1240 MPa) pour une déformation de 0,6% à 0,8%.

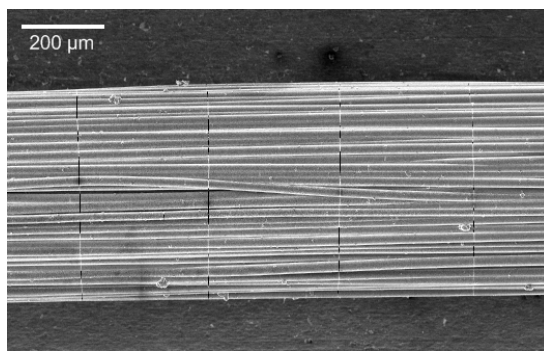
II.1.2.2 Endommagement

Ce comportement macroscopique non linéaire est lié à l'apparition de phénomènes d'endommagement, dont la description qualitative en quatre phases caractéristiques est maintenant globalement acceptée [Ber99, Sau10] :

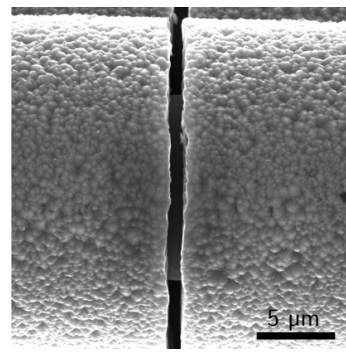
- Il n'y a pas d'endommagement pendant la première phase de montée en charge (phase élastique).

- La non-linéarité de la seconde phase est causée par l'apparition des fissures matricielles (qui apparaissent globalement perpendiculairement à la direction de sollicitation, voir figure II.3) et des décohésions fibre/matrice qui leur sont associées.
- Après la saturation de la fissuration matricielle ($\approx 0,3\%$), une seconde phase quasi-linéaire apparaît, conséquence du comportement élastique des fibres.
- Enfin, une petite zone fortement non-linéaire due aux ruptures des fibres précède la rupture ultime du minicomposite.

L'endommagement est généralement suivi par émission acoustique [Sau10, Mor99a], mais cette technique ne permet pas de distinguer et de localiser précisément les phénomènes (fissures ou ruptures de fibre).

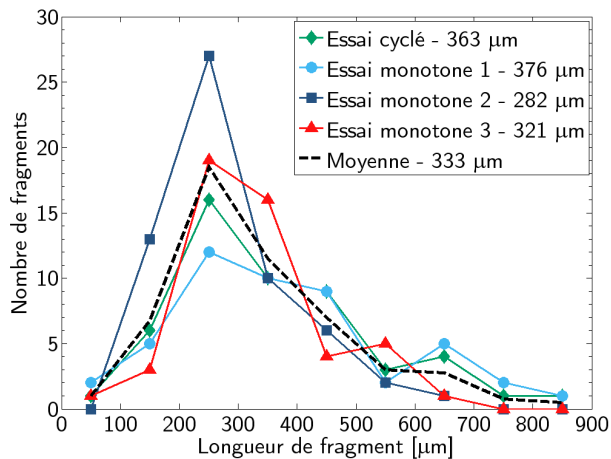


(a) Portion de minicomposite multifissuré (80 N)

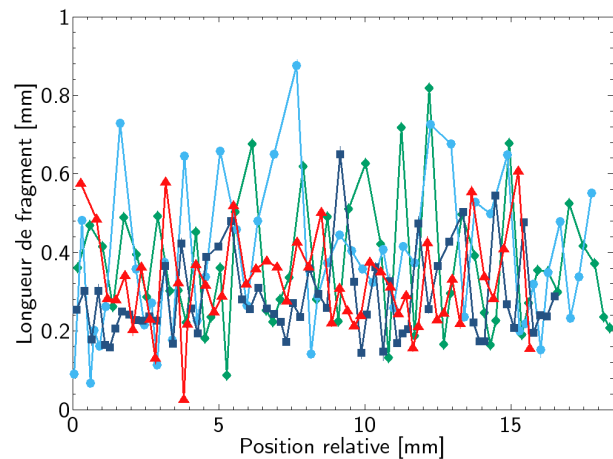


(b) Zoom sur une fissure

Figure II.3 – Observations MEB-FEG de la fissuration matricielle



(a) Distribution des longueurs de fragment (pour une longueur totale de 15 mm par éprouvette)



(b) Position des fragments

Figure II.4 – Analyse post-mortem des fragments matriciels

La plupart des fissures matricielles se referment complètement lorsque l'éprouvette est déchargée. Il est donc nécessaire que l'éprouvette soit sous tension (figure II.3) pour les observer. Il est également possible de révéler les fissures post-mortem par une attaque chimique (réactif de Murakami). Les positions des fissures ont été repérées sur des longueurs variant entre 15 mm et 18 mm environ. Il a

ainsi été possible de caractériser les distributions de longueur des fragments matriciels à saturation des quatre minicomposites testés (figure II.4), où un fragment matriciel est délimité par deux fissures voisines.

Les distributions de longueurs de fragment présentent, d'un essai à l'autre, une allure similaire (étalement et position approximative du pic). Il existe tout de même des écarts, traduits notamment par des longueurs moyennes de fragment comprises entre 280 μm et 380 μm suivant l'essai (voir figure II.4a). Il existe donc une *hétérogénéité* marquée au niveau des distributions de longueurs de fragment d'un essai à l'autre. Cette hétérogénéité est également présente pour chaque essai, puisque les longueurs peuvent varier de quelques dizaines de micromètres au millimètre. La répartition de ces fragments semble de plus aléatoire (figure II.4b). Afin d'avoir la meilleure estimation possible de ces distributions, il est donc nécessaire d'observer les fissures sur une grande partie des éprouvettes et de multiplier le nombre d'essais.

Pour finir, une part non négligeable (de l'ordre de 15%) de fissures observées post-mortem présente des morphologies plus complexes qu'une rupture parfaitement perpendiculaire à la direction des fibres. Des exemples de ces fissures sont donnés sur la figure II.5.

Ces premières observations post-mortem sont cependant limitées à la surface des minicomposites et ne permettent pas d'accéder à la morphologie des fissures au sein des minicomposites ni à leur cinétique d'apparition. Quant aux ruptures de fibre, elles ne sont pas non plus observables ici. Les essais in-situ en tomographie et sous MEB permettent de dépasser ces limitations.

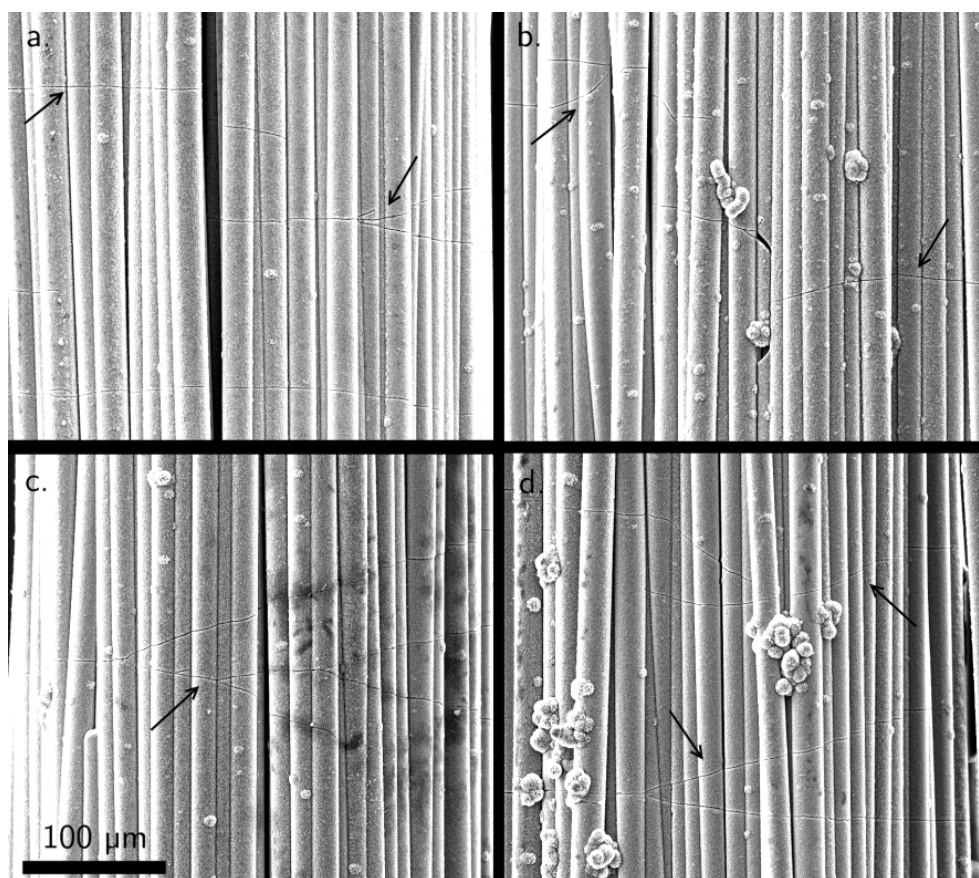


Figure II.5 – Exemple de fissures atypiques observées après attaque Murakami sur les éprouvettes d'essai macroscopiques

II.2 CARACTÉRISATION TOMOGRAPHIQUE

Si la description qualitative de l'endommagement des composites SiC/SiC est généralement acceptée, les mécanismes en eux-même sont très peu, voire pas, caractérisés. En effet, les techniques habituelles de caractérisation, comme le MEB, sont limitées à des observations surfaciques qui rendent inaccessible l'observation des phénomènes qui ont lieu au cœur du minicomposite, tels que la propagation des fissures matricielles ou les ruptures de fibre.

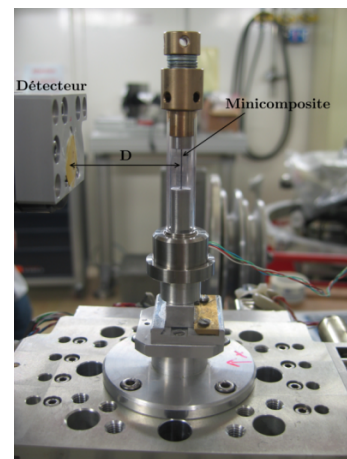
La microtomographie X, tomographie aux rayons X à haute résolution, permet de visualiser des objets en 3 dimensions et est de plus en plus utilisée dans l'étude des matériaux [Sto08]. L'efficacité de cette technique a notamment été montrée pour l'étude de phénomènes d'endommagement [Bab01, Bab04] ou de fissures de fatigue [Buf06] dans différents matériaux comme des matériaux composites à matrice métallique [Mcd03, Sin05, Wit06, Bre06, Hun09] ou polymère [Sch05, Aro06, Mof08], des alliages d'aluminiums [Tod03, Guv99, Fer06] ou des matériaux polymères (PMMA) [Mul06]. Les résultats de tomographie appliquée à des composites SiC/SiC sont pour l'instant limités à des observations de la microstructure non endommagée [Lee98, MR09, Gel10]. En effet, ces matériaux doivent être observés in-situ (fermeture des fissures après sollicitation) et à très haute résolution pour pouvoir distinguer les fissures matricielles (ouverture en surface généralement inférieure au micromètre).

Ainsi, afin d'étudier les fissures matricielles, des images 3D du minicomposite à différents niveaux de chargement ont été obtenues en utilisant la source synchrotron de rayons X de l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble). Ces images, reconstruites à partir d'un grand nombre de projections 2D, ont été analysées afin de détecter les quelques fissures présentes dans le volume observé (1,65 mm de long), permettant de décrire la morphologie et la cinétique de propagation des fissures. L'observation de radiographies d'éprouvettes complètes (14 mm observés) sous charge et post-mortem a également permis d'obtenir des données statistiques sur les localisations des ruptures de fibre le long du minicomposite.

II.2.1 Protocole expérimental



(a) Installation de l'expérience



(b) Machine de traction montée sur la platine

Figure II.6 – Expérience de traction in-situ sur la ligne ID19

L'expérience a été menée à l'ESRF sur la ligne de faisceau ID19 où deux minicomposites issus du même lot (présenté § II.1) ont été étudiés. Le premier (éprouvette N° 1) a été observé en traction in-situ,

à différents niveaux de charge. Une machine légère, spécifiquement conçue à l'INSA-Lyon (W.LUDWIG, E.MAIRE) pour ce genre d'utilisation (capteur de force de 500 N), a été utilisée pour mettre en charge manuellement l'éprouvette (voir figure II.6). Une longueur utile de 14 mm environ a été sollicitée via des talons en aluminium (collage). Afin de réaliser les acquisitions d'images, l'essai de traction a été interrompu à six paliers de chargement successifs : 50, 68, 74, 86 et 92 N. Ces niveaux de charge sont reportés sur une courbe force/déformation caractéristique, obtenue sur un minicomposite du même lot grâce au dispositif de traction classique (§II.1.2.1). Ce minicomposite a été sollicité jusqu'à 98 N, mais n'a pas été mené à la rupture.

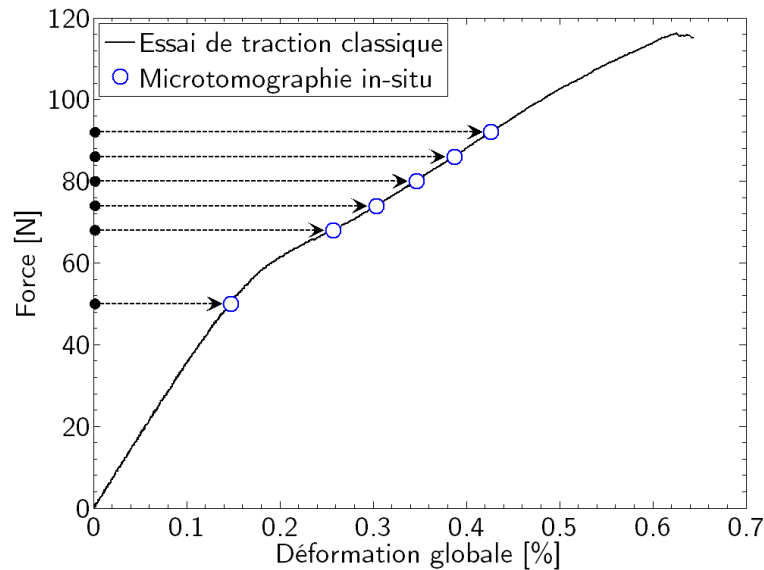


Figure II.7 – Courbe force/déformation en traction obtenue sur la machine de traction classique, sur laquelle sont reportés les paliers d'observation en microtomographie.

Afin d'effectuer des observations post-mortem, un second minicomposite (éprouvette N° 2) a été rompu, à un effort de 115 N, avec le même dispositif de traction.

La microtomographie consiste à enregistrer un grand nombre de radiographies (également appelées projections) de l'échantillon prises à haute résolution et pour différentes positions angulaires dans un faisceau de rayons X [Sal03]. Des algorithmes adéquats sont ensuite utilisés pour reconstruire une image 3D à partir de ces radiographies. Pour pouvoir discerner les fissures ainsi que la fine microstructure du toron, une très haute résolution est nécessaire. Or, de telles résolutions ne peuvent être obtenues, tout en conservant un temps d'acquisition raisonnable, que grâce à un rayonnement synchrotron qui délivre un faisceau monochromatique intense, parallèle et cohérent. Une *taille de voxel* de 0,28 μm , dans les trois directions, a ainsi pu être obtenue sur ID19 à l'ESRF.

Une zone de 1,65 mm de long située au centre de l'éprouvette N° 1 a été observée, correspondant à 3 champs de vue de 600 μm chacun de positions axiales distinctes avec un recouvrement de 50 μm . De plus, pour chaque champ de vue, des acquisitions (ou *scans*) ont été effectuées à quatre distances D (figure II.6) différentes entre l'échantillon et le détecteur (caméra CCD FreLon, Fast Readout Low Noise, avec une résolution de 2048×2048 pixels [Lab07]).

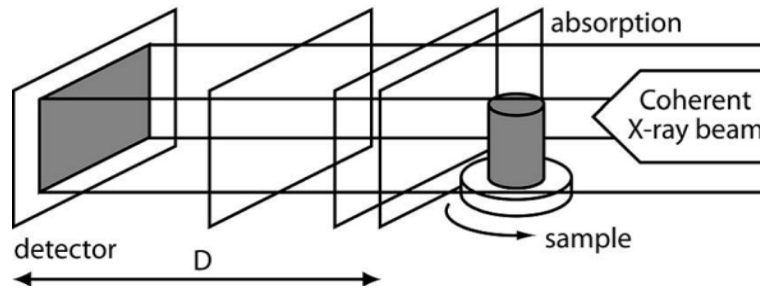


Figure II.8 – Schéma du système d'imagerie en contraste de phase (holotomographie) et contraste d'absorption [Lan08]

Deux types de reconstruction ont été utilisés pour obtenir les images 3D à partir de ces quatre scans :

- Le mode de reconstruction classique utilisant le contraste d'absorption (algorithme de type rétroprojection filtrée [Fel84]) pour reconstruire les images correspondant aux scans des deux premières distances d'acquisition,
- Le mode de reconstruction par holotomographie [Clo99] révélant le contraste de phase et utilisant les scans obtenus aux quatre distances (figure II.8). Ce mode de reconstruction utilise les algorithmes proposés par LANGER [Lan08, Lan10].

Ainsi, les scans ayant été effectués pour chacun des six chargements étudiés, l'observation complète du fragment de minicomposite sous charge a nécessité 72 ($3 \times 4 \times 6$) scans au total, où chaque scan regroupe 1500 projections acquises avec une énergie de faisceau de 20,5 keV. L'ensemble des paramètres de l'expérience sont rassemblés tableau II.2.

Effort [N]	Energie [keV]	Projections/scan	Scans/champ	Nombre de champs	D [mm]
50 - 68 - 74 80 - 86 - 92	20,5 ¹	1500	4	3	8 - 14 - 26 - 36

Tableau II.2 – Données caractéristiques des acquisitions pour l'éprouvette N° 1

Le temps d'acquisition de chaque scan étant relativement long (25 min), il n'était pas possible d'observer le minicomposite sur toute sa longueur. Cependant, un ensemble de radiographies (une trentaine) de la longueur totale a été acquis à 92 N. Enfin, l'éprouvette N° 2 a également été radiographiée, après rupture (qui a eu lieu à proximité d'un talon), sur toute sa longueur.

Pour résumer, trois types d'observations résultent de cette expérience à l'ESRF :

- *Obs.A : les images 3D (absorption et holotomographie) des 1,65 mm au centre de l'éprouvette N° 1 à six niveaux de chargement successifs,*
- *Obs.B : la radiographie de toute l'éprouvette N° 1 (environ 14 mm) à 92 N,*
- *Obs.C : la radiographie de toute l'éprouvette N° 2 après rupture.*

1. L'énergie a dû être augmentée à cause de l'épaisseur supplémentaire du tube de quartz de la machine à traverser.

II.2.2 Détection des phénomènes d'endommagement

Sur les images 3D comme sur les radiographies, les fissures matricielles et les ruptures de fibre sont observables. Si elles sont facilement repérables visuellement sur les radiographies, l'étude de la morphologie des fissures et de leur propagation grâce aux images 3D nécessite un traitement particulier.

II.2.2.1 Analyse des radiographies (obs. B et C)

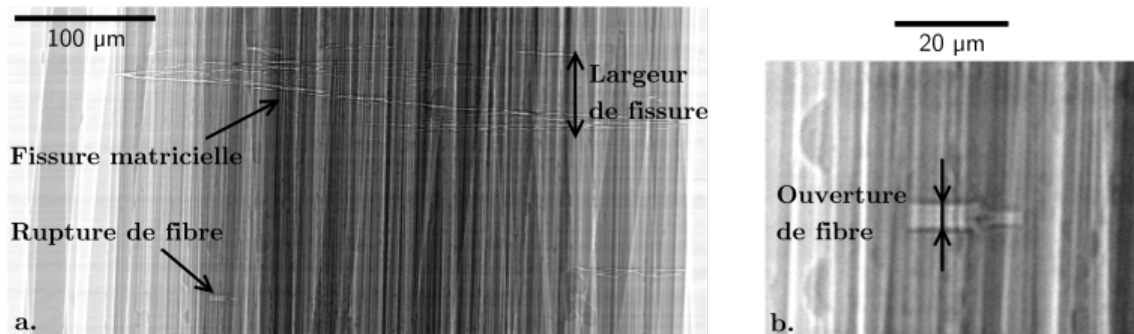


Figure II.9 – Radiographie d'un minicomposite sous charge (a) et zoom sur une rupture de fibre (b)

La figure II.9 présente une fissure matricielle et des ruptures de fibre observées sur une radiographie. Les deux phénomènes sont visibles sur l'image. Les radiographies permettent de mettre en évidence la morphologie non plane des fissures qui sont relativement étendues dans la direction des fibres. En plus de localiser les fissures dans la direction des fibres, les radiographies permettent d'estimer leur *largeur* (zone endommagée dans la direction des fibres, voir figure II.9). Quelques petites fissures secondaires, qui ne traversent pas entièrement la section du minicomposite, sont également visibles, mais plus difficiles à repérer.

La morphologie des ruptures de fibre est plus simple, la localisation dans la direction axiale est donc assez précise (cette technique a notamment déjà été utilisée par AROUSH et al. [Aro06] pour étudier les ruptures de fibre dans des composites quartz/epoxy). Il est même possible de mesurer approximativement leur ouverture (voir figure II.9). Si les informations sur leur position dans la section transverses sont inaccessibles, cette technique d'observation permet d'obtenir des données statistiquement représentatives en termes de densité de rupture de fibres et de localisation axiale.

II.2.2.2 Analyse des images de tomographie (obs. A)

Les radiographies suggèrent une morphologie particulière des fissures matricielles. L'objectif de l'étude des images de microtomographie est de caractériser cette morphologie et leur évolution en fonction du chargement (obs. A).

Un processus de détection automatique pour extraire ces fissures du volume a été mis en place. Il consiste à localiser les variations de niveaux de gris causées par une fissure. Ces variations sont repérables qualitativement en regardant successivement les coupes transverses du minicomposite (figure II.10). Notons de plus que, comme le montre la figure II.10, les effets de la fissuration sont plus marqués sur les reconstructions en contraste d'absorption à la deuxième distance que sur celles à la première distance. En effet, il est maintenant connu que l'utilisation d'une source synchrotron laisse apparaître un contraste de phase supplémentaire, qui améliore remarquablement la détection

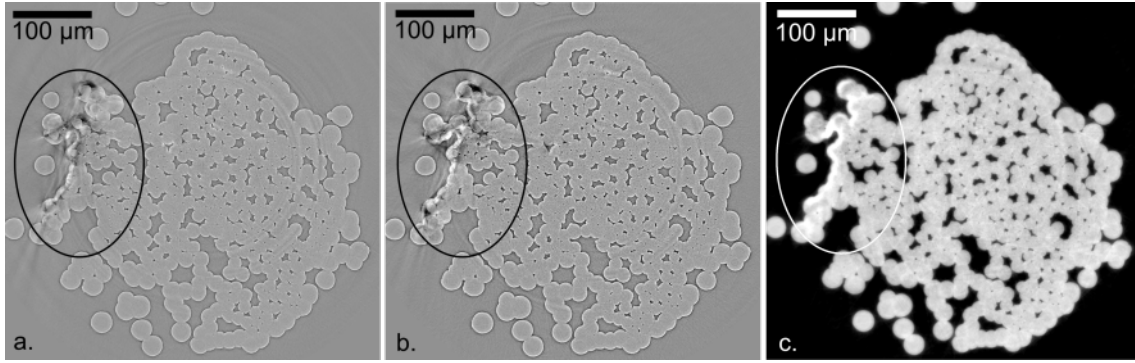
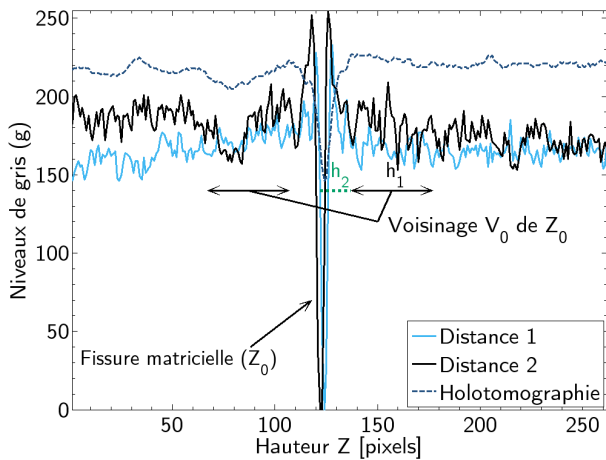
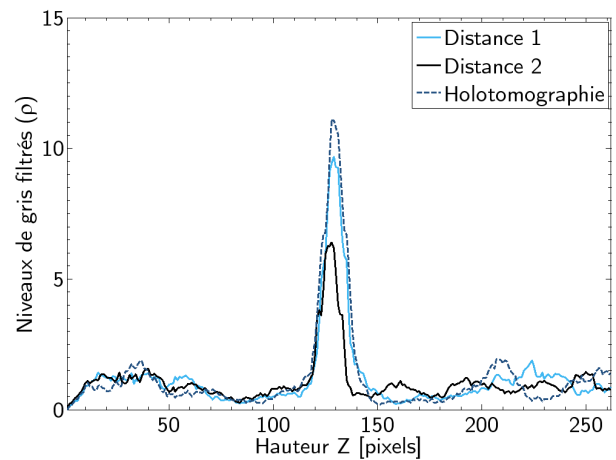


Figure II.10 – Exemple d'une coupe au sein d'une fissure matricielle reconstruite en absorption ((a) $D=8$ mm, (b) $D=14$ mm) et holotomographie (c). La zone entourée révèle la présence d'une fissure.

d'endommagements (détection d'interfaces) [Clo97, Buf06]. Ce contraste, invisible lorsque la distance échantillon/détecteur est nulle, est plus marqué lorsque cette dernière augmente. Cependant, l'augmentation de la distance accentue également les franges de diffraction présentes sur les contours de fissure et rend son étude quantitative plus difficile. Bien que la fissure soit moins visible sur les images holotomographiques, les franges de diffraction sont supprimées par ce type de reconstruction [Clo99, Buf06]. Afin de localiser précisément les fissures dans la section du minicomposite, la procédure automatique de détection combine l'analyse des trois reconstructions.



(a) Exemple d'évolution des niveaux de gris dans la direction Z , à travers une fissure matricielle



(b) Résultat du filtrage des niveaux de gris selon Z

Figure II.11 – Détection d'une fissure par analyse des niveaux de gris selon Z

Considérons un sous-volume contenant une fissure matricielle. L'image 3D de ce sous-volume définit, suivant le type reconstruction utilisé, un niveau de gris g en tout voxel de position (x, y, z) au sein du volume (où z désigne la position dans la direction des fibres). La procédure de détection de la fissure est réalisée grâce au traitement de l'évolution des niveaux de gris $g(x, y, z)$ en fonction de z pour tous les points (x, y) du plan transverse. Un exemple de cette évolution, pour un couple (x_0, y_0) donné, est présenté en figure II.11a (pour simplifier, $g(x_0, y_0, z)$ sera dorénavant noté $g(z)$). La fissure est responsable d'une importante variation des niveaux de gris sur une hauteur relativement faible pour les trois reconstructions étudiées. L'objectif de la procédure automatique est de détecter ces pics et de

les localiser dans le volume, tout en réduisant la détection d'artefacts comme les franges de diffractions, des évolutions microstructurales (interface pore/matrice par exemple) ou du bruit intrinsèque à l'image. Le filtre mis en place suit, pour tout couple (x, y) du plan transverse, les étapes suivantes :

- Calcul de la valeur absolue du gradient $|\Delta(z)| = |g(z) - g(z - 1)|$
- Détermination du gradient lissé $\Delta_1(z)$ par une moyenne glissante sur une fenêtre de hauteur h_0

$$\Delta_1(z) = \frac{1}{h_0 + 1} \sum_{k=z-\frac{h_0}{2}}^{z+\frac{h_0}{2}} |\Delta(k)| \quad (\text{II.1})$$

- Calcul du rapport $\rho(z)$ du gradient lissé $\Delta_1(z)$ au gradient moyen local $\langle \Delta_1(z) \rangle_V$ (équation (II.2)). Le gradient moyen local (équation (II.3)) est calculé sur le voisinage V défini de part et d'autre de z sur une hauteur h_1 à une distance h_2 de z (voir figure II.11a)

$$\rho(z) = \frac{\Delta_1(z)}{\langle \Delta_1(z) \rangle_V} \quad (\text{II.2})$$

$$\begin{cases} \langle \Delta_1(z) \rangle_V = \frac{1}{2(h_1+1)} \sum_{i \in V} \Delta_1(z) \\ \text{où } V = [z - h_1 - h_2; z - h_2] \cup [z + h_2; z + h_1 + h_2] \end{cases} \quad (\text{II.3})$$

Les trois paramètres h_0 , h_1 et h_2 permettent, en s'adaptant à la largeur du pic à détecter, de s'affranchir des variations locales (bruit image) et globales (évolution de la microstructure, franges de diffraction) des niveaux de gris. Ils ont été respectivement fixés à 10, 40 et 15 voxels pour tous les chargements. Ces variations "problématiques" sont à l'origine du besoin d'un tel traitement d'image, rendant par exemple insuffisante l'utilisation d'un simple seuillage.

Ce filtre permet de localiser le pic qui correspond au maximum de cette fonction. Une fissure est alors détectée en (x_0, y_0, z_0) si les maxima globaux des trois filtrages de niveaux de gris, correspondant aux trois reconstructions considérées, sont superposés (à 10 pixels près, soit une précision d'environ 3 μm). La position z_0 de la fissure correspond alors à la moyenne des positions des trois pics. La combinaison des deux types de reconstruction permet d'avoir une bonne sensibilité grâce aux images en absorption tout en réduisant la détection d'artefacts (franges de diffraction) grâce aux images holotomographiques. Enfin, étant donné la faible ouverture des fissures, la largeur du pic est principalement liée au phénomène de diffraction. Ainsi, l'étude de la largeur de pic pour différents niveaux de chargement n'a pas permis de quantifier les ouvertures de fissure.

Remarque : Des procédures utilisant la corrélation d'image 3D volumique (développées en annexe D) ont été mises en œuvre pour évaluer les ouvertures de fissure. Le contraste et la résolution des images ne sont cependant pas suffisantes, comparées à l'ouverture des fissures, pour quantifier les ouvertures. Seuls des résultats qualitatifs, sur la propagation des fissures peuvent être obtenus, mais n'apportent pas de résultats significatifs supplémentaires sur la caractérisation des fissures.

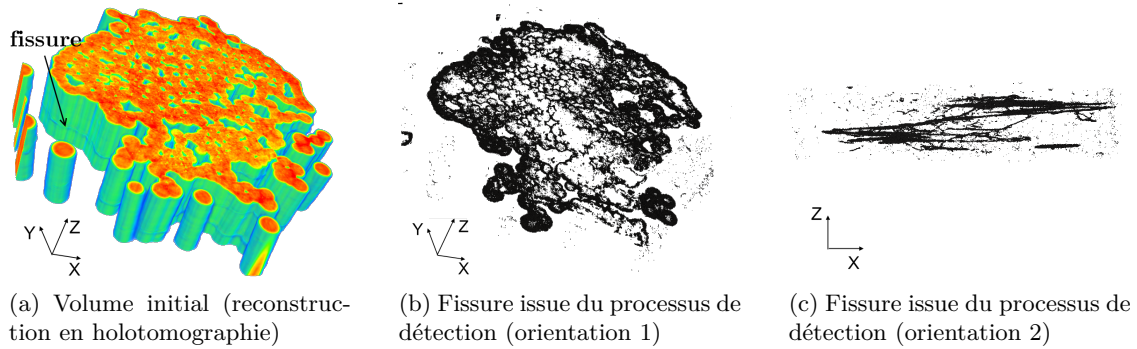


Figure II.12 – Résultat de la détection (en 3D)

La figure II.12 présente un exemple de fissure extraite d'un sous-volume grâce à ce processus de détection. L'image 3D finale, contenant uniquement la fissure matricielle, est débruitée en retirant les quelques détections présentes dans la phase poreuse.

En plus des fissures principales, des fissures matricielles secondaires peuvent être observées grâce aux images de tomographie (reconstruites en contraste d'absorption principalement). Ces fissures, dont les plus grosses sont observables par radiographie (voir §II.2.2.1), sont localisées dans des petites zones en périphérie (groupes de fibres isolés) ou au sein du minicomposite. Elles créent généralement des variations de niveaux de gris qui sont comparables au bruit de l'image et donc insuffisantes pour être détectées par la procédure automatique. Cependant, leur taille étant relativement petite (de l'ordre de 5% de la section totale), une localisation axiale par observation directe des coupes transverses est suffisante.

Les images 3D de l'observation A mettent également en évidence quelques ruptures de fibre très faciles à repérer visuellement (figure II.13). Néanmoins, la zone d'observation est beaucoup trop petite pour obtenir des données statistiquement représentatives de ce phénomène d'endommagement.

Enfin, bien que parmi les plus élevées actuellement, *la résolution d'acquisition des images n'est pas suffisante pour observer la décohésion interfaciale.*

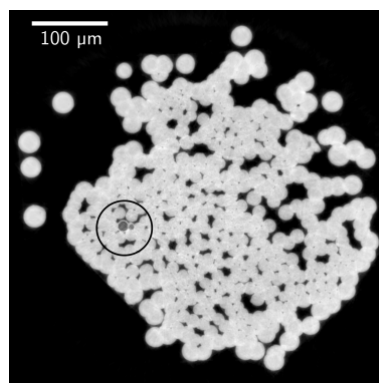


Figure II.13 – Coupe transverse (reconstruction en holotomographie), contenant deux ruptures de fibre.

II.2.3 Résultats des observations

II.2.3.1 Fissuration matricielle

Les observations A et B donnent accès à des informations complémentaires sur la fissuration matricielle. En effet, la distribution des fissures peut être étudiée grâce à la radiographie de d'échantillon complet sous charge (obs. B). Si celle-ci donne accès à la position axiale (et à la largeur) des fissures, elle ne permet pas de caractériser leur morphologie et donc leur propagation. Au contraire, les images tomographiques (obs. A) contiennent un nombre de fissures limité mais permettent d'observer leur morphologie et leur propagation au sein du minicomposite.

Distribution des fissures

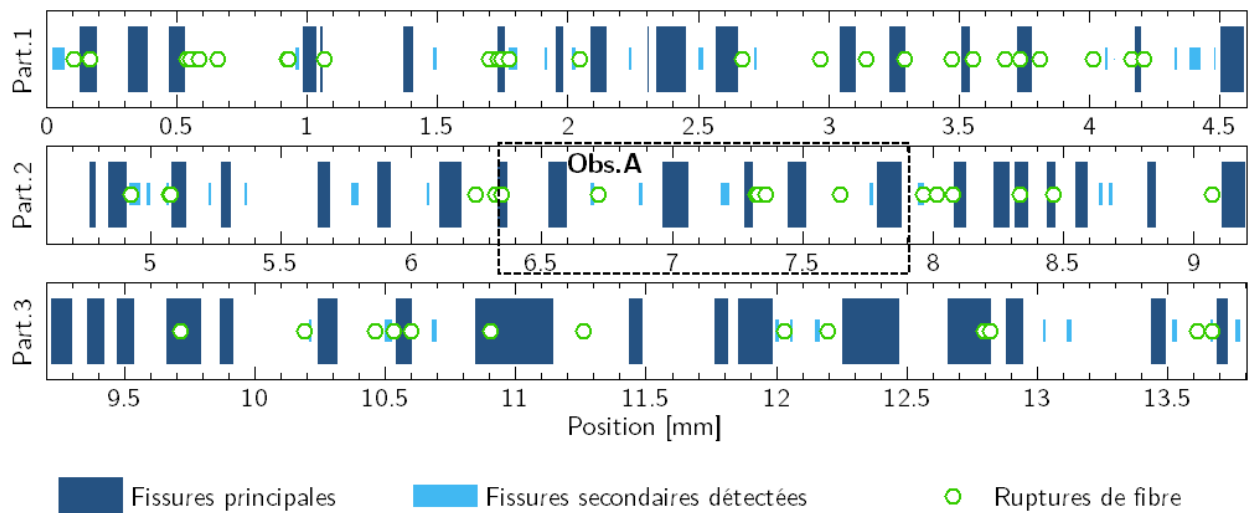


Figure II.14 – Localisation de l'endommagement le long du minicomposite à 92 N (obs. B). La taille des traits représente la largeur estimée des fissures. La zone observée en holotomographie (obs. A) est encadrée en traits pointillés.

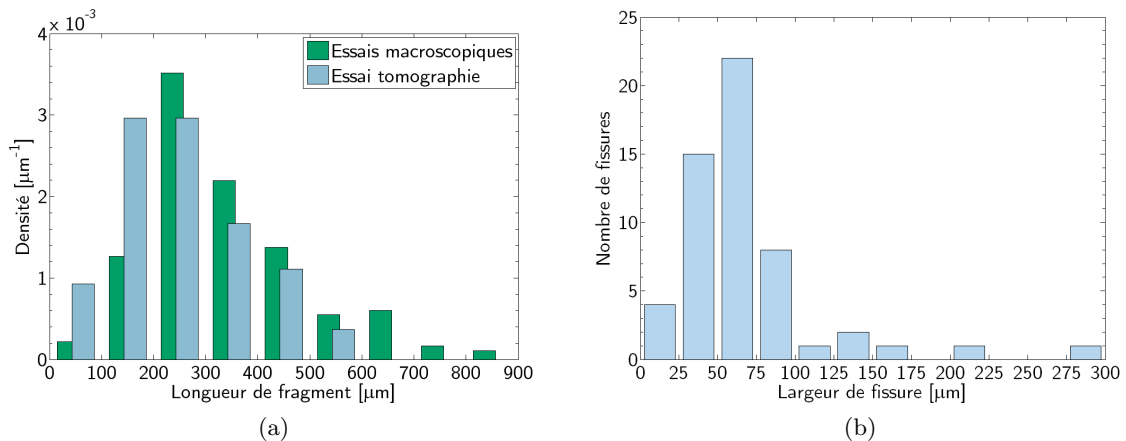


Figure II.15 – Distributions des longueurs de fragments matriciels et des largeurs de fissures

La localisation axiale des fissures matricielles et des ruptures de fibre (comme définies §II.2.2.1) observées grâce à la radiographie entière de l'éprouvette N° 1 à 92 N (obs. B) est présentée sur la figure II.14. Notons tout d'abord que, les fissures secondaires étant difficiles à repérer sur ce type d'images, leur inventaire n'est pas exhaustif. L'observation de la courbe de comportement (figure II.7) laisse supposer que la saturation de la fissuration matricielle est atteinte pour ce chargement. Compte-tenu des hétérogénéités constatées lors des essais macroscopiques d'un essai à l'autre (§II.1.2.1), le pas de fissuration moyen, estimé à 250 μm , ainsi que la distribution des longueurs de fragments matriciels sont cohérents avec les observations post-mortem des éprouvettes testées sur machines macroscopiques (voir §II.1, pas moyen de 333 μm). Il existe également une hétérogénéité importante au niveau des largeurs de fissure (figure II.15b). Elles sont de plus relativement importantes par rapport à la distance inter-fissure moyenne. En effet, la longueur de minicomposite affectée par chaque fissure est principalement comprise entre 25 μm et 100 μm .

Si les simples radiographies permettent d'estimer leur largeur, elles restent insuffisantes pour caractériser précisément les fissures matricielles, notamment leur morphologie et leur propagation qui nécessitent une observation volumique. La portion de minicomposite observée en microtomographie à différents niveaux de chargement (obs. A) est indiquée sur la figure II.14.

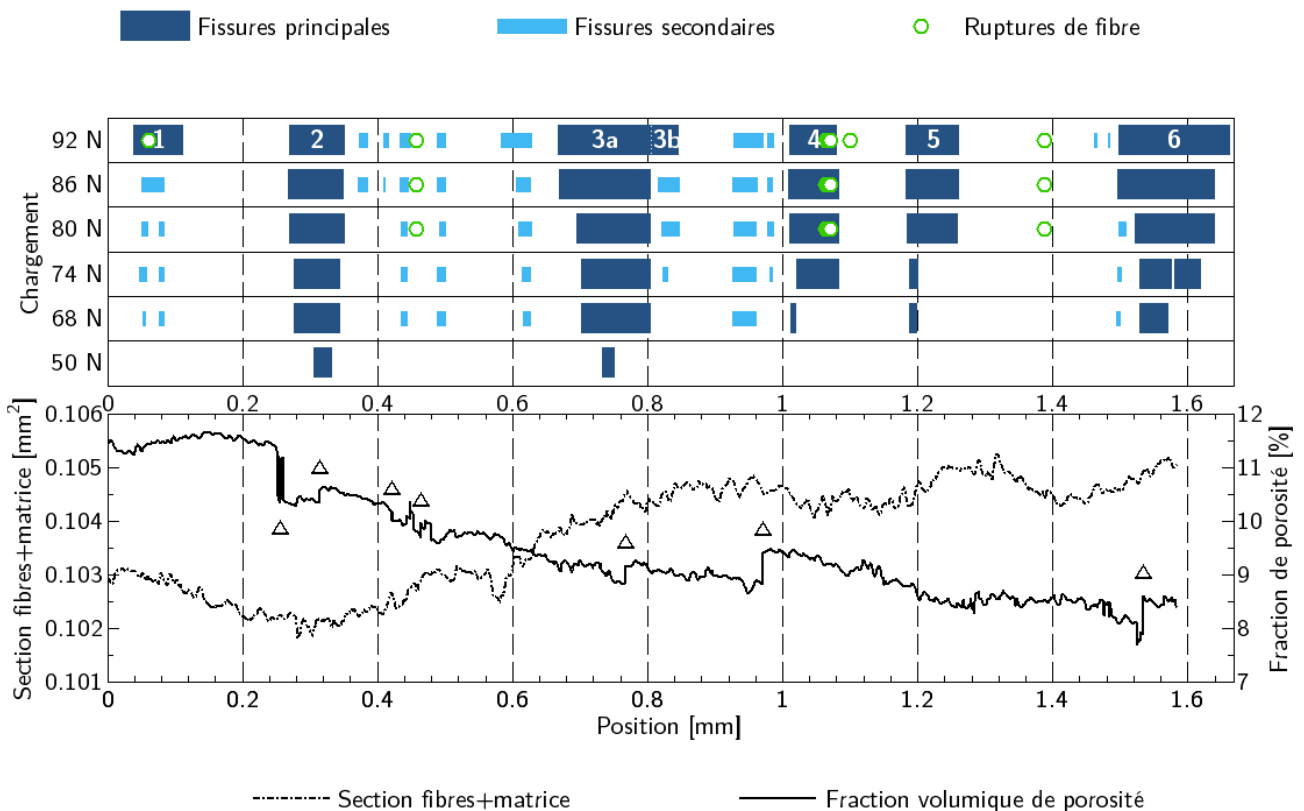


Figure II.16 – Localisation de l'endommagement dans la zone observée en holotomographie à six niveaux de charge (obs. A), comparée aux évolutions de la section effective (fibres et matrice, sans la porosité) et de la fraction de porosité. Les variations désignées par des triangles correspondent à des ouvertures ou fermetures de pores périphériques.

De la même manière que pour l'observation B, la figure II.16 présente les endommagements observés sur les images 3D dans le segment de minicomposite à différents niveaux de chargement. Les fissures matricielles ont cette fois-ci pu être repérées en observant toutes les coupes transverses successivement,

ce qui permet un inventaire précis des fissures principales comme des fissures secondaires. Ainsi, la zone observée contient six fissures principales, dont la largeur augmente avec le chargement. De plus, certaines fissures secondaires se développent jusqu'à créer une fissure principale (fissure 1 et fissure 3b), mais la plupart restent localisées.

Afin d'étudier un potentiel lien entre la localisation des fissures et l'évolution globale de la microstructure, cette distribution de fissures matricielles est comparée aux évolutions, dans la direction axiale, de la section effective de composite (fibres et matrice sans la porosité) et de la fraction surfacique de porosité (figure II.16). Les pores ouverts situés en périphérie ne sont pas pris en compte dans le calcul de la fraction de porosité. Les deux grandeurs ont été estimées par seuillage de chaque coupe transverse des images holotomographiques. Ces mesures sont donc sensibles au seuil choisi. Son impact (erreur relative) a été évalué à $\pm 2\%$ sur la mesure de section de matière et $\pm 10\%$ sur la mesure de fraction de porosité. Cependant, l'impact du seuillage est négligeable sur les *variations* de fraction de porosité, objet principal de cette analyse, le long du minicomposite.

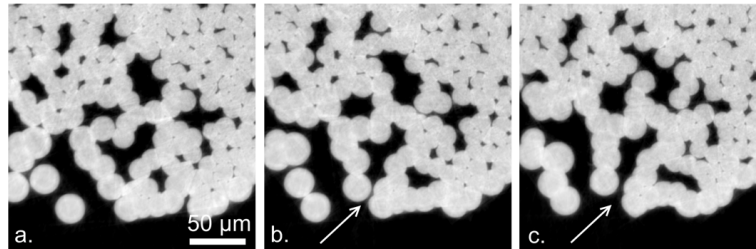


Figure II.17 – Ouverture d'un pore périphérique (holotomographie, (a) $Z=104\ \mu\text{m}$, (b) $Z=260\ \mu\text{m}$, (c) $Z=430\ \mu\text{m}$)

Certaines variations brusques de la porosité peuvent apparaître ponctuellement et sont causées par l'ouverture ou la fermeture d'un pore périphérique (voir figure II.17). Elle ne correspondent donc pas à une évolution brusque de la microstructure, mais seulement à la prise (ou non) en compte de ces pores dans la surface poreuse du minicomposite. Ainsi, il n'est pas possible d'établir un lien entre l'évolution de la microstructure et la localisation des fissures, puisqu'aucune variation significative de la section effective ou de la fraction de porosité ne coïncide avec les fissures. Une exception pour la fissure 2 peut être soulignée, car elle correspond à la section minimum. Cependant cela n'est pas suffisant pour conclure sur le phénomène de fissuration en général.

Morphologie et propagation des fissures

La procédure automatique, décrite §II.2.2.2, a été utilisée pour détecter les six fissures principales (numérotées figure II.16) à tous les chargements appliqués durant l'observation A. Les limites en z des six sous-volumes, nécessaires pour effectuer la détection, ont été définies à partir des fissures observées à 92 N. La figure II.18 contient les projections sur le plan transverse des six fissures détectées. Les chargements ne présentant aucune évolution des fissures n'ont pas été représentés (la fissure 2 est par exemple identique à 68 N et 74 N).

Deux remarques préliminaires peuvent être effectuées sur les résultats de la détection. Premièrement, les projections des fissures 1 et 6 sont moins nettes que celles des quatre autres, les variations de niveaux de gris (comme celles présentées sur la figure II.11a) étant beaucoup moins marquées pour ces deux fissures. Ceci révèle probablement que ces fissures étaient moins ouvertes. La détection s'avère effectivement peu efficace pour certaines zones fissurées (comme la plupart des fissures secondaires) puisque la variation de contraste suivant l'axe z , pourtant visible en parcourant les coupes transverses, est du même ordre de grandeur que le bruit de l'image.

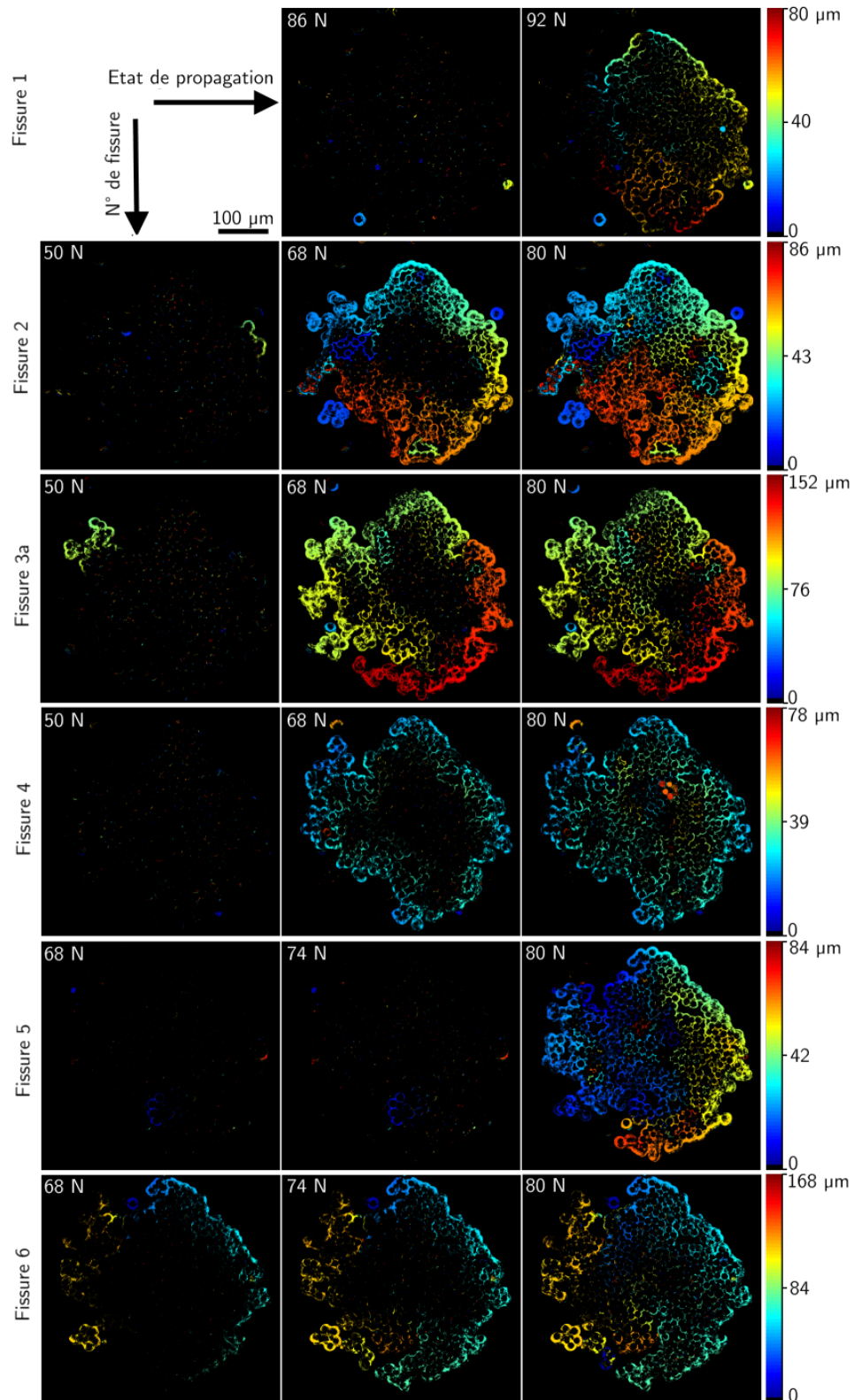


Figure II.18 – Projections sur le plan transverse des fissures matricielles détectées (obs. A). L'échelle de couleur correspond pour chaque fissure à la position relative selon l'axe z . Il faut prendre garde au changement d'échelle en fonction de la fissure.

Deuxièmement, la fissure 3a doit être complétée par la fissure secondaire 3b, présentée sur la figure II.19, qui se situe dans son prolongement dans le sens des z croissants. Les deux zones fissurées étaient indépendantes aux chargements précédemment observés. Ainsi, les deux fissures constituent une zone endommagée de plus de $170\ \mu\text{m}$ mais dont la largeur visible en surface du minicomposite est de seulement $80\ \mu\text{m}$ environ.

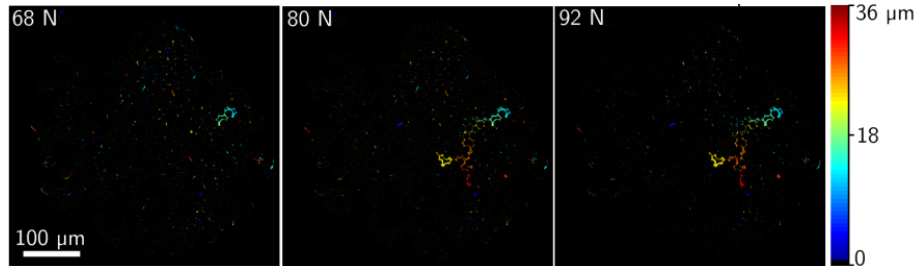


Figure II.19 – Projections sur le plan transverse de la fissure secondaire 3b.

En ce qui concerne leur morphologie à 92 N, les six fissures traversent donc complètement la section du minicomposite. Elles ne sont pas planes mais ont plutôt la forme d’une hélice dans l’axe des fibres, sauf la fissure 4 qui présente une symétrie axiale. Comme il l’a été fait remarquer précédemment, l’étalement des fissures dans la direction des fibres est relativement important, puisqu’il est compris entre $40\ \mu\text{m}$ et $170\ \mu\text{m}$ environ.

L’étude des fissures aux six niveaux de chargement permet de mettre en évidence deux ou trois états de propagation distincts (suivant la fissure étudiée). Les fissures 2, 3, 4 et 6 suivent trois étapes de propagation caractéristiques :

- l’amorce de la fissure dans une zone périphérique du minicomposite,
- la propagation de la fissure sur toute la périphérie de la section en suivant une forme d’hélice,
- la propagation de la fissure au centre de la section du minicomposite.

La fissure 5 a également été initiée sur la périphérie du minicomposite, mais le stade intermédiaire de propagation n’a pas pu être observé aux chargements étudiés. Contrairement aux autres fissures, la fissure 1 est issue de la croissance de fissures secondaires internes apparues à 86 N (invisibles sur les résultats de détection) s’ajoutant aux deux fissures secondaires autour de fibres périphériques isolées apparues dès 68 N. L’amorce de cette fissure, qui ne traverse complètement le minicomposite qu’à 92 N, est donc localisée au sein de la section transverse.

Enfin, les fissures 2, 3 et 4 ne présentent aucune évolution entre 68 N et 74 N. Ceci révèle une propagation discontinue. Bien que le chargement augmente, la fissure reste “bloquée” jusqu’à un nouveau seuil de propagation. De plus, bien que la saturation matricielle soit supposée atteinte (*i.e.* plus d’apparition de nouvelle fissure), la propagation des fissures n’était pas terminée à 74 N. Ces résultats contredisent l’hypothèse de propagation instantanée de la fissure matricielle dans toute la section utilisée dans les modélisations 1D classiques [Cur91a, Lis97a, Lam09]. Si cette hypothèse est valable pour les microcomposites (qui ne contiennent qu’une seule fibre [Cas10]), elle est discutable en ce qui concerne les minicomposites.

II.2.3.2 Ruptures de fibre

Les radiographies collectées lors des observations B et C permettent d'obtenir des données statistiques sur la rupture des fibres le long du minicomposite sous charge (92 N) et après la rupture finale. On observe sur la figure II.14 une répartition homogène des ruptures de fibre, quoiqu'il semble qu'elles soient principalement localisées au voisinage des fissures matricielles (dont la répartition est également homogène). La densité de ruptures de fibre est plutôt faible, avec 4,8 ruptures par mm (pour l'ensemble des fibres). Notons que ce sont les ruptures qui sont dénombrées, et non les fibres rompues, puisque quelques-unes ont rompu en différents endroits. Les ouvertures de fibre correspondant à ces ruptures se situent entre 1 μm et 8 μm environ.

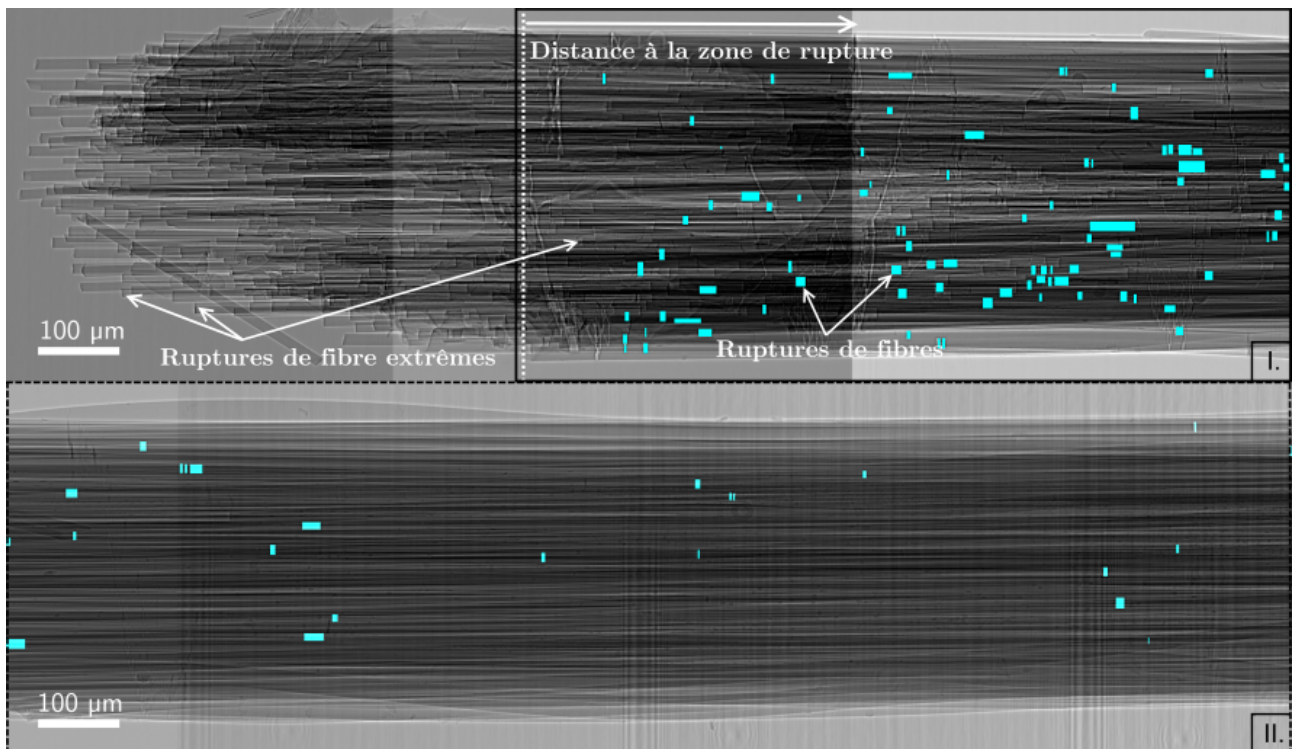


Figure II.20 – Radiographies du minicomposite après rupture (obs. C) localisée près (radio I) et loin (radio II) de la zone de rupture. Les ruptures de fibre sont surlignées en bleu.

En ce qui concerne les observations post-mortem de l'éprouvette N° 2, environ 220 ruptures de fibre (sur une longueur totale d'environ 12 mm) ont été dénombrées (sans prendre en considération les ruptures extrêmes, où une seule extrémité de la fibre rompue est visible, voir figure II.20). La densité de ruptures de fibre n'est plus uniforme le long du minicomposite (figure II.21), mais présente une importante augmentation dans les 2 mm au voisinage de la zone de rupture finale du minicomposite. Loin de cette zone, la distribution des ruptures de fibre est plutôt homogène, avec une densité moyenne (calculée sur la zone III, voir figure II.21) de 5 ruptures par mm, valeur cohérente avec la densité observée sur l'éprouvette N° 1 à 92 N (4,8/mm). De plus, les quelques ruptures de fibre recensées lors de l'observation A ne sont apparues qu'à 80 N (voir figure II.16), c'est-à-dire une fois les fissures matricielles complètement propagées dans le minicomposite.

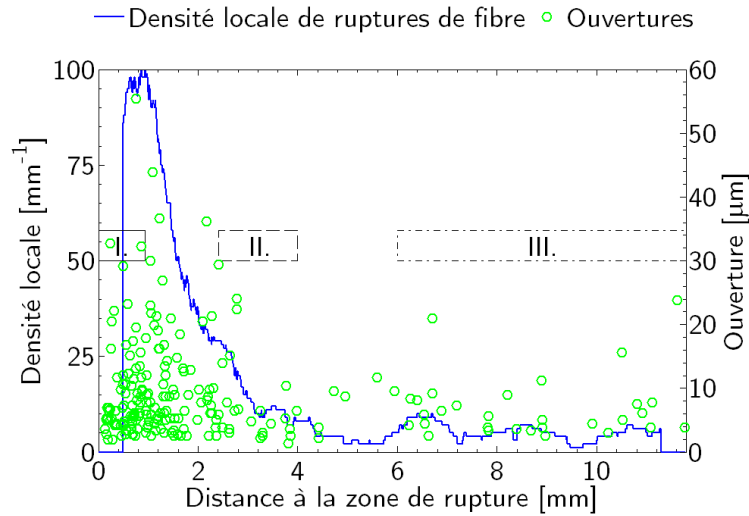


Figure II.21 – Evolution de la densité locale de ruptures de fibre et des ouvertures en fonction de la distance à la zone de rupture (obs. C). La densité locale est calculée sur une fenêtre glissante de 1 mm de long. Les zones I et II désignent les positions des radiographies présentées sur la figure II.20. La zone III est considérée comme éloignée de la zone de rupture finale.

Pour terminer, la valeur moyenne des ouvertures de fibre post-mortem (reportées sur la figure II.21), loin de la zone de rupture, est de $7\text{ }\mu\text{m}$ ($4,5\text{ }\mu\text{m}$ à 92 N sur l'échantillon N° 2). Les ruptures au voisinage de la zone de rupture finale présentent par contre des ouvertures beaucoup plus importantes (jusqu'à $50\text{ }\mu\text{m}$).

Deux scénarios d'apparition des ruptures de fibre sont envisagés pour expliquer ces observations (localisation post-mortem et ouvertures plus importantes vers la zone de rupture). Le premier décrit une apparition progressive aléatoire et uniforme des ruptures de fibre après la propagation matricielle jusqu'à la rupture ultime du minicomposite qui, par des effets dynamiques dus au relâchement de l'énergie élastique, est à l'origine d'un nombre important de ruptures de fibre autour du lieu de rupture. Le second, au contraire, suppose qu'après l'apparition aléatoire et uniforme des premières ruptures de fibre, ces dernières se localisent dans une zone du minicomposite entraînant ainsi la rupture finale. Une redistribution des contraintes plus importante sur les fibres saines lorsque le nombre de fibres rompues augmente pourrait en effet être à l'origine de la localisation ainsi que des ouvertures plus importantes. Ce second scénario pourrait également expliquer la zone fortement non-linéaire qui apparaît sur les courbes macroscopiques juste avant la rupture finale. Des observations supplémentaires (juste avant la rupture finale) sont néanmoins nécessaires pour pouvoir conclure.

Ces observations montrent également qu'une même fibre peut rompre au moins en deux endroits distincts le long du minicomposite. Une rupture double a également été observée sur l'échantillon N° 1 (obs. A) avec moins de $200\text{ }\mu\text{m}$ entre les deux lieux de rupture.

II.3 ESSAIS IN-SITU SOUS MEB

Les essais sous observation tomographique permettent de caractériser la propagation des fissures dans le volume, mais les ouvertures sont trop faibles pour pouvoir être quantifiées. De plus, la procédure expérimentale en tomographie est relativement lourde et longue, surtout en rayonnement synchrotron. Le nombre d'essais et donc la quantité de fissures observées sont limitées. Ainsi, pour étudier le phénomène de fissuration d'un point de vue statistique et faire le lien avec le comportement mécanique macroscopique, des essais de traction in-situ sur minicomposites en Microscopie Electronique à Balayage ont été développés. En plus des modèles mécaniques qui nous intéresseront par la suite, les ouvertures de fissures et distances inter-fissures ainsi accessibles sont des données d'entrées dans les modèles d'oxydation des composites SiC/SiC [Hun10].

Cet essai, développé au LMS, nécessite l'utilisation d'un montage spécifique pour solliciter l'éprouvette et observer les fissures, ainsi que des traitements d'image pour estimer les ouvertures de fissure. Les essais présentés confirment l'hétérogénéité constatée précédemment au niveau des longueurs de fragments matriciels, et permet également de mettre en valeur une tendance globale de l'évolution des ouvertures de fissure en fonction de l'effort de traction, fortement dictée par les distances aux fissures voisines.

II.3.1 Procédures expérimentales

II.3.1.1 Montage de l'essai

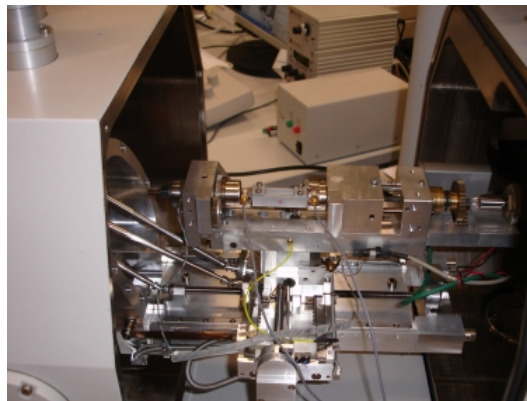


Figure II.22 – Machine de traction in-situ dans le MEB-FEG

Les essais sont réalisés sur la machine de traction in-situ disponible au LMS (figure II.22), conçue pour être utilisées dans le MEB-FEG du laboratoire (capteur de force 100 N). Il a été nécessaire de réaliser un montage particulier pour pouvoir solliciter les minicomposites. Comme pour les autres essais, il est nécessaire d'utiliser des talons dans lesquels est collé le minicomposite pour le mettre en charge. La réalisation de ces talons s'appuie sur le montage utilisé pour effectuer les essais de traction macroscopiques sur minicomposites [Tor09, Bru08] (voir §II.1.2.1). Afin de limiter les possibles effets d'un mauvais alignement, et de faciliter la mise en place de l'éprouvette (à l'horizontal, contrairement aux essais sur machine de traction classique), les éprouvettes sont sollicitées par l'intermédiaire de goupilles dans les talons et une pièce supplémentaire permet de les guider complètement dans la direction de traction (figure II.23). Ce montage permet de solliciter une longueur utile de minicomposite d'environ 25 mm.

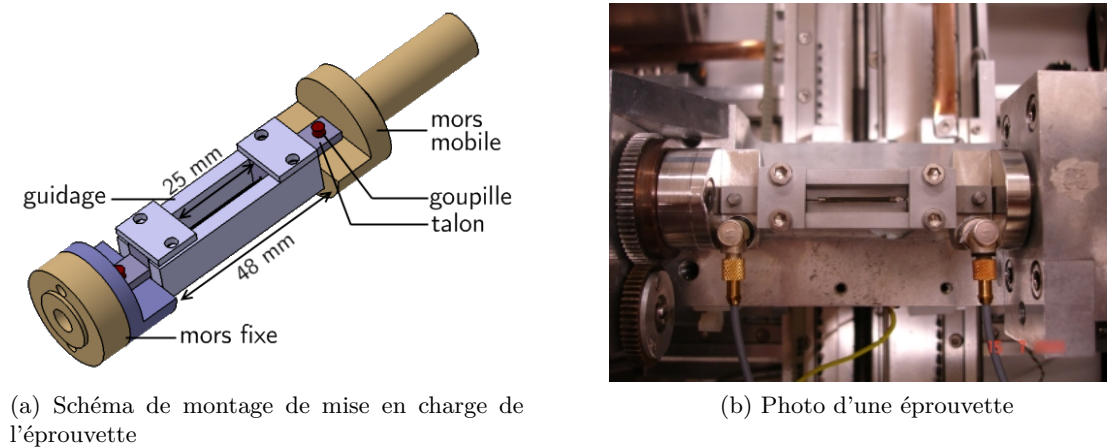


Figure II.23 – Montage de l'essai de traction in-situ MEB

En plus de la mesure de force réalisée en continu, des estimations de la déformation globale de l'éprouvette ont été réalisées à chaque palier d'observation. Un tube ajouré (figures II.23b et II.24) enfilé sur le minicomposite avant collage permet d'avoir un repère fixe et de mesurer l'allongement du minicomposite grâce à des images réalisées aux extrémités du tube (figure II.24). Cette technique est également utilisée par MICHAUX [Mic03]. A chaque palier, trois mesures de déformation sont effectuées (sur la même image, à partir de détails distincts de la surface du minicomposite), leur moyenne étant finalement retenue. Afin de diminuer les erreurs de mesure, une extrémité du tube est fixée sur le minicomposite par de la laque d'argent. De plus, les images pour mesurer l'allongement doivent respecter le même cadrage et la focalisation effectuée sur le même détail du minicomposite pour minimiser les erreurs¹. Cependant, les déformations mesurées étant très faibles, elles sont très sensibles aux possibles mouvements de l'éprouvette qui s'auto-aligne au début du chargement, et ne sont donc utilisées qu'à titre indicatif pour valider les essais d'un point de vue macroscopique.

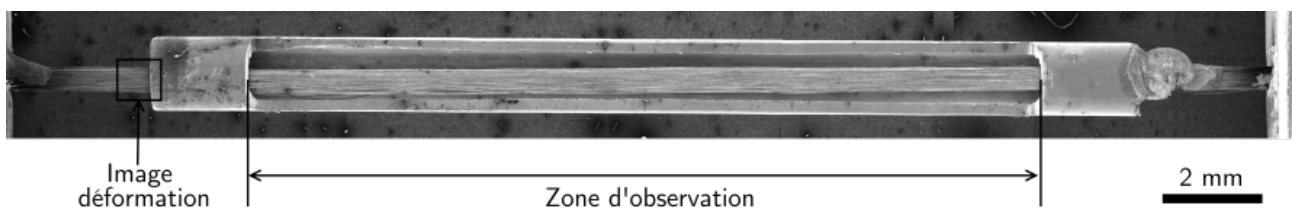


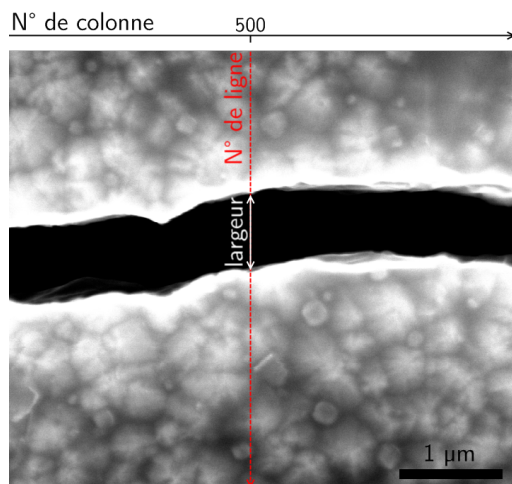
Figure II.24 – Image MEB du minicomposite mis en charge

1. La focalisation est effectuée tout au long de l'essai en montant ou descendant la platine portant la machine d'essai et non en modifiant le faisceau. La distance de travail est ainsi conservée et les erreurs liées aux variations de grandissement négligeables.

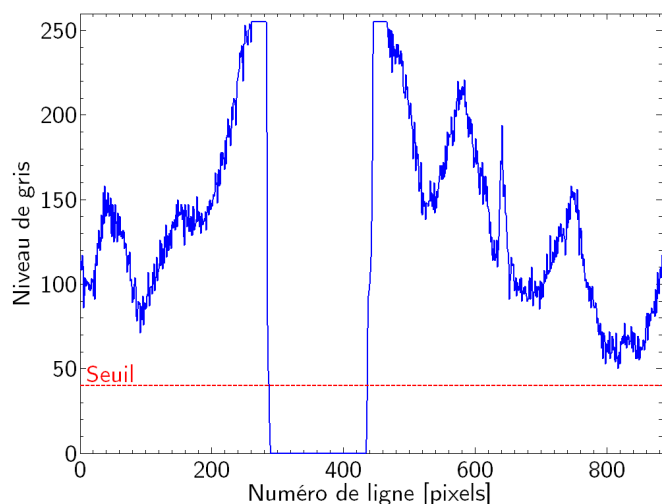
II.3.1.2 Observation de la fissuration matricielle

Afin d'observer la multifissuration matricielle, les essais de traction sont interrompus à plusieurs niveaux de chargements. Si les réponses de l'émission acoustique le permettent (*i.e.* si les signaux dus à l'endommagement ne sont pas noyés dans le bruit de fond détecté par les capteurs), certains paliers sont déterminés à chaque nouvelle impulsion. Des interruptions à faible niveau de charge sont également réalisées pour mesurer la déformation.

Comme illustré précédemment (figure II.3), les fissures sont facilement repérables en surface du minicomposite sous charge. Ainsi, à chaque interruption, un inventaire des fissures situées dans la zone d'observation (voir figure II.24) est effectué (position des fissures déterminées par les coordonnées de la platine du MEB). Des images à très fort grossissement ($\times 30\,000$ à une distance de travail de 19,2 mm, exemple figure II.25a) sont réalisées sur les fissures situées dans trois zones de 2 mm de long environ. Deux de ces zones sont centrées sur deux des premières fissures détectées. La troisième n'en contient aucune. Une telle délimitation permet d'obtenir des données sur un nombre significatif de fissures, dont le voisinage est connu, tout en conservant un temps d'acquisition d'image raisonnable. Ces images ont été réalisées pour la totalité des fissures contenues dans la zone d'observation pour un essai (essai 4, voir §II.3.2.3).



(a) Image MEB utilisée pour mesurer l'ouverture de la fissure (1024x884 pixels)



(b) Evolution des niveaux de gris de la 500e colonne de pixels

Figure II.25 – Mesure de l'ouverture de fissure par analyse d'image (largeur de fissure)

Les ouvertures des fissures sont mesurées à partir des images à fort grossissement. Lorsque la mesure est réalisée manuellement, nous définissons l'ouverture d'une fissure comme la moyenne de 10 *largeurs* de la fissure réparties uniformément sur l'image (largeur définie sur la figure II.25a). Le nombre d'images à analyser étant important, une procédure automatique a été développée. L'ouverture est alors calculée par la moyenne des 24 plus grandes largeurs de fissure de l'image. Une largeur est déterminée, pour chaque colonne de pixels de l'image, en comptant le nombre de pixels consécutifs dont le niveau de gris est inférieur à un certain seuil (figure II.25). Ce seuil est fixé par rapport au niveau de gris minimal de la colonne considérée et peut varier suivant les réglages de contraste et le luminosité utilisés lors des observations, la fissure n'est pas forcément en noir et peut présenter de faibles variations de contraste. Il est réajusté pour chaque essai (conditions d'acquisition d'image considérées identiques pendant un essai).

Cette méthode permet d'obtenir des mesures cohérentes avec les mesures manuelles, en tenant compte des incertitudes inhérentes aux deux méthodes. L'incertitude due à l'erreur géométrique du MEB est négligeable (de l'ordre du pixel). Le seul biais noté pour cette mesure automatique d'ouverture de fissure est la surestimation de l'ouverture en cas de mauvais réglages de contraste de l'image par exemple (des bandes plus sombres dues à des brusques changements de relief de la surface ou des effets de charge peuvent parfois apparaître). Cependant cette surestimation est relativement importante et donc facilement détectable. Les ouvertures fausses sont donc corrigées manuellement. L'erreur maximale due à cette méthode, de l'ordre de $0,04\ \mu\text{m}$, est suffisamment faible par rapport aux ouvertures mesurées pour pouvoir suivre leur évolution en fonction du niveau de contrainte.

II.3.2 Résultats

II.3.2.1 Comportement macroscopique

La figure II.26 présente les courbes de comportement des quatre essais retenus pour étudier la multifissuration matricielle. Compte-tenu des incertitudes discutées précédemment au niveau de la mesure de déformation (notamment aux plus faibles niveaux de chargement) leur comportement macroscopique (module de Young, zone non linéaire) est cohérent avec les essais de traction effectués sur la machine classique (§II.1.2.1). Cependant des ruptures finales prématurées sont observées (entre 70 N et 100 N au lieu de 110 N à 120 N). Ce problème a déjà été observé par A.MICHAUX [Mic03] lors d'essais in-situ sur des minicomposites C/SiC, et a alors été attribué à un phénomène de fatigue des fibres lors des paliers d'observation.

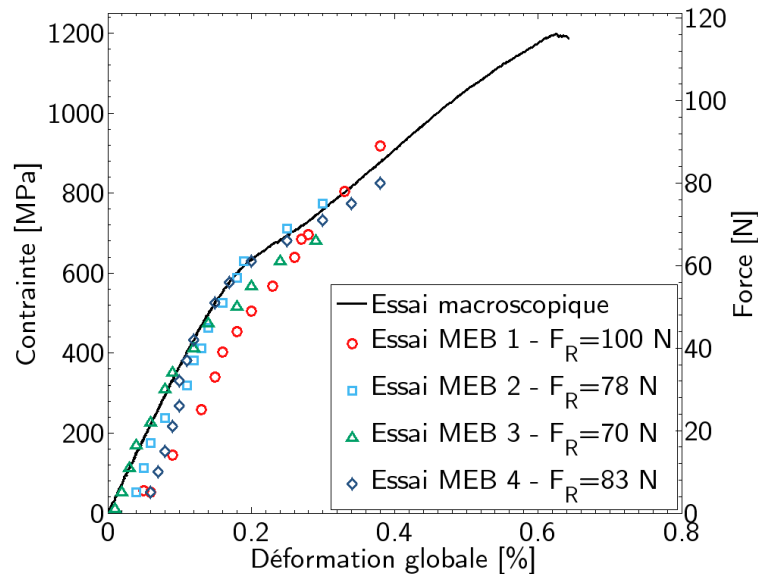


Figure II.26 – Paliers d'observation des quatre essais in-situ MEB comparés à une courbe obtenue sur une machine macroscopique

II.3.2.2 Position des fissures

Les positions de chacune des fissures apparues dans la zone d'observation des quatre essais réalisés sont présentées sur la figure II.27. Les niveaux de chargement auxquels les fissures ont été observées pour la première fois sont également indiqués. Cette figure montre que les fissures apparaissent progressivement, sur une plage de force relativement étendue. *En effet, si la majorité des fissures apparaît au niveau de la zone non-linéaire de la courbe macroscopique, certaines apparaissent avant et après. Les fissures apparaissent par paquet (surtout au début de la fissuration), localisées principalement dans les zones non-endommagées du minicomposite.*

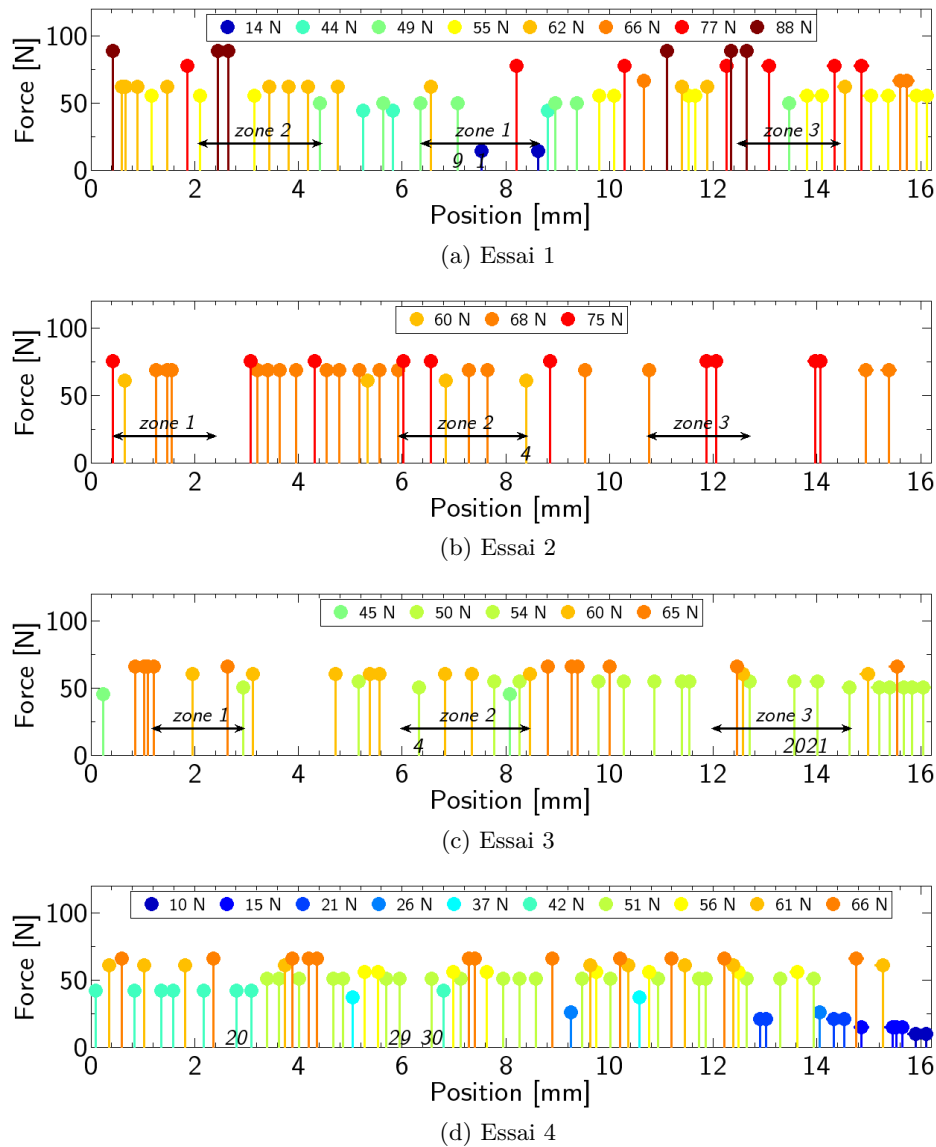


Figure II.27 – Chronologie d'apparition des fissures dans la zone d'observation (les paliers de première observation sont reportés pour chaque fissure ainsi que les zones de mesure des ouvertures pour les essais 1 à 3. Certaines fissures sont également numérotées pour pouvoir y faire référence dans le chapitre III)

La même observation peut être effectuée à partir de la figure II.28a, présentant l'évolution des longueurs des fragments matriciels en fonction de leur position et du niveau de chargement relevé pour l'essai 4. La longueur des fragments matriciels diminue régulièrement pour se stabiliser autour d'une longueur moyenne de $230\ \mu\text{m}$ (essai 4) à $480\ \mu\text{m}$ (essai 2) suivant l'essai (voir figure II.29, essai 1 : $300\ \mu\text{m}$, essai 3 : $390\ \mu\text{m}$). Comme le montre la figure II.28b, la distribution des longueurs de fragment est très hétérogène le long des minicomposites.

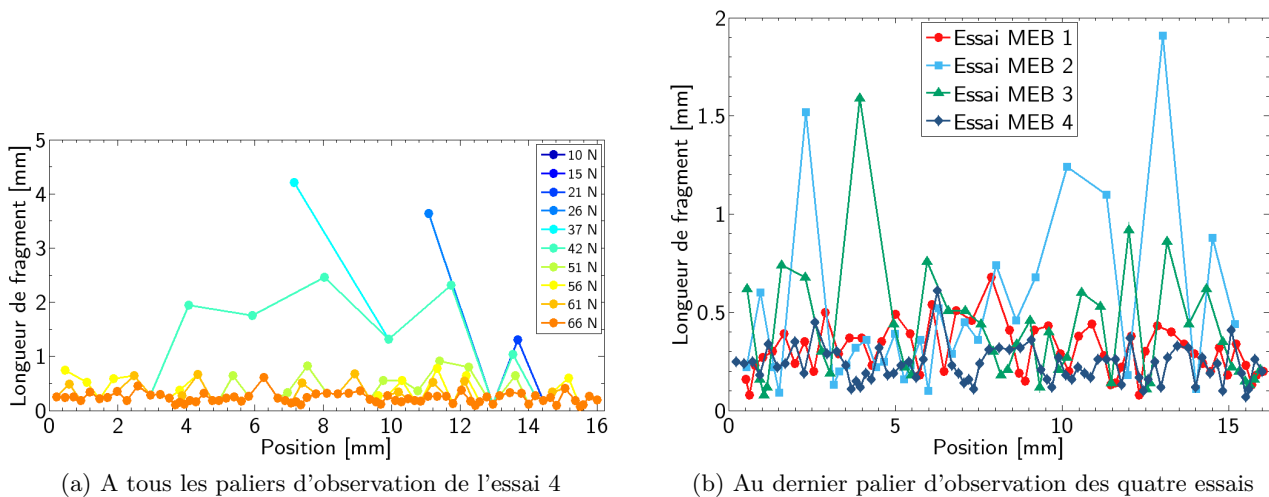


Figure II.28 – Longueur des fragments matriciels en fonction de leur position dans la zone d'observation

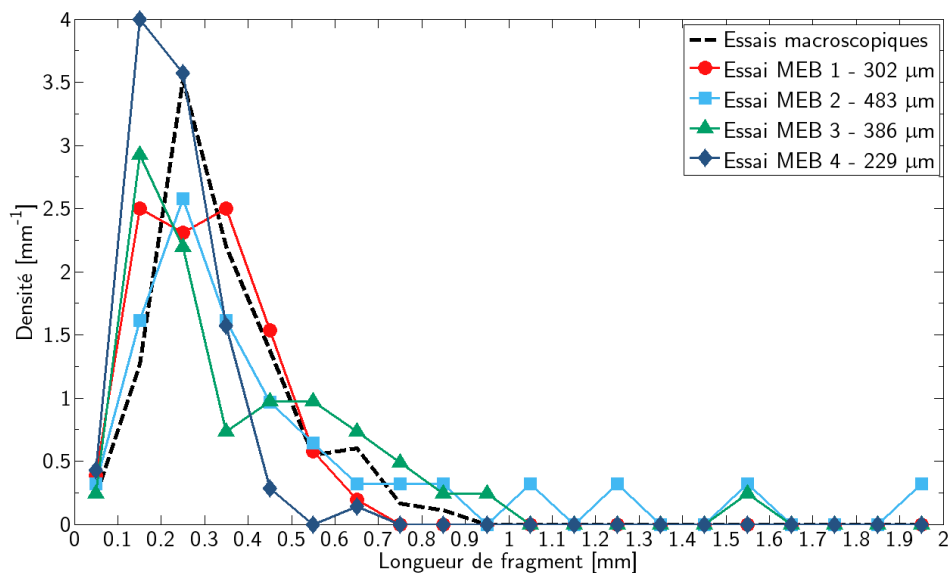


Figure II.29 – Histogramme de distribution des tailles de fragments au dernier palier d'observation. Le pas de fissuration moyen de chaque essai est indiqué dans la légende.

Les allures des distributions des longueurs de fragment sont similaires à celle de la distribution moyenne constatée lors des observations post-mortem des essais macroscopiques (§II.1.2.2). Nous observons encore une hétérogénéité entre distributions, d'un essai à l'autre, qui est plus prononcée pour ces essais. Si la rupture prématurée des essais 2 et 3 peut expliquer des longueurs de fragment

plus importantes, le nombre de fissures est tout de même plus faible que pour les autres essais à des efforts similaires. Des mesures de pas de fissuration post-mortem (après attaque Murakami) ont été effectuées pour les trois premiers essais et révèlent des pas légèrement plus faibles (essai 1 : 255 μm , essai 2 : 450 μm , essai 3 : 320 μm). Il est donc possible que la fissuration matricielle ne soit pas arrivée à saturation au dernier palier d'observation pour ces trois essais. La saturation a pu être observée lors de l'essai 4, rendant inutile la caractérisation post-mortem pour cet essai.

II.3.2.3 Ouvertures de fissure

Les ouvertures ont été mesurées, grâce au traitement d'image présenté précédemment (§II.3.1.2), pour les fissures situées dans trois zones distinctes de l'éprouvette pour les essais 1, 2 et 3, et dans toute la zone d'observation pour l'essai 4. L'évolution de ces ouvertures en fonction du niveau de chargement est présentée sur la figure II.30. *Les ouvertures sont réparties sur un intervalle assez large, allant du dixième de micromètre à quelques micromètres. Les tendances d'évolution des ouvertures pour les quatre essais considérés sont de plus cohérentes entre elles.*

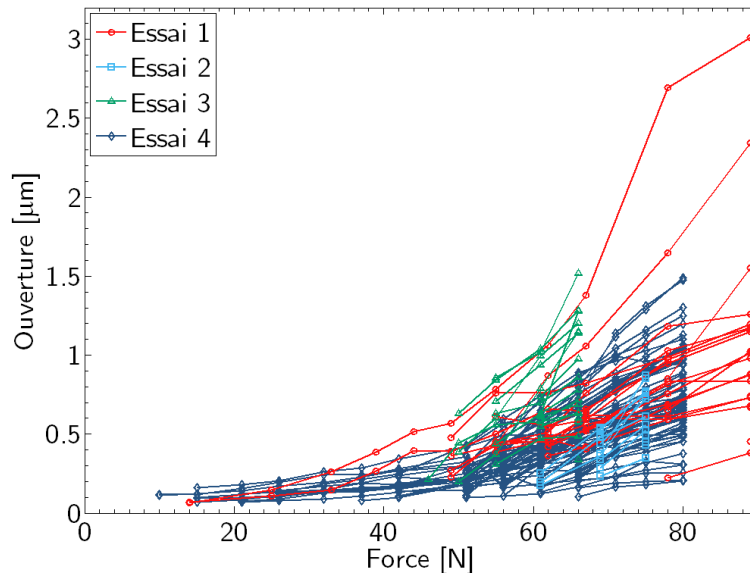
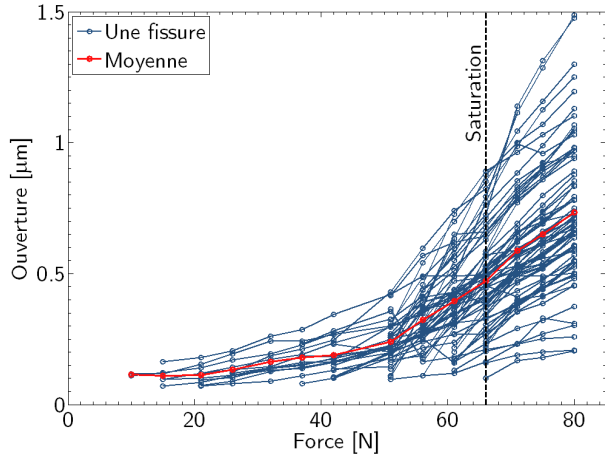


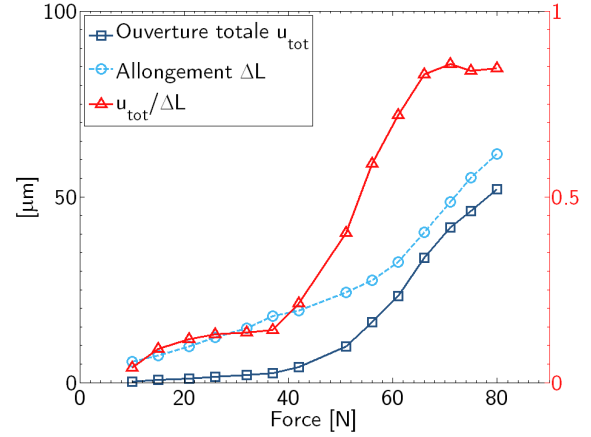
Figure II.30 – Ouvertures des fissures mesurées lors des quatre essais

Toutes les ouvertures ayant été mesurées pour l'essai 4, ce dernier servira de référence en première analyse (figure II.31). C'est de plus le seul essai où la saturation matricielle a effectivement pu être constatée (pas de nouvelle fissure après 66 N).

On peut observer tout d'abord sur la figure II.31b que la somme de toutes les ouvertures ne participe que très peu (de l'ordre de 10%) à l'allongement de la zone d'observation aux faibles charges. A partir de 40 N, effort qui correspond à la fin de la zone linéaire de la courbe force/déformation (voir figure II.26), la participation de l'ouverture totale dans l'allongement augmente très fortement pour se stabiliser à environ 80% après la saturation matricielle. *Les quelques fissures qui apparaissent aux faibles chargements, avant la zone non linéaire, n'ont donc quasiment aucun impact sur la réponse macroscopique du minicomposite. Les fissures existent mais ne s'ouvrent pas ou très peu.*



(a) Evolutions des ouvertures et de l'ouverture moyenne en fonction de l'effort



(b) Evolution de l'ouverture totale comparée à l'allongement global de la zone d'observation

Figure II.31 – Analyse de l'ouverture des fissures observées lors de l'essai 4

En première approche, seules les ouvertures à saturation sont étudiées (à partir de 66 N, voir figure II.31a). Pour chaque fissure, des régressions linéaires de l'ouverture (à partir de 66 N) sur la force ont été effectuées et présentent un coefficient de corrélation supérieur à 0,9 (sauf pour trois fissures, qui ne sont donc pas prises en compte dans l'analyse qui suit). Nous proposons donc *un modèle linéaire d'évolution de l'ouverture en fonction de la force après saturation* (équation (II.4)).

$$u(F) = \alpha F + \beta \quad (\text{II.4})$$

La figure II.32 présente les évolutions du coefficient directeur α et de l'ordonnée à l'origine β pour chaque fissure en fonction de sa distance d aux deux fissures voisines (définie comme la moyenne des deux distances aux deux premières fissures voisines). Nous constatons une dépendance de ces deux coefficients à la distance d qui peut être considérée comme linéaire (équation (II.5)).

$$\begin{cases} u(F, d) = \alpha(d)F + \beta(d) \\ \alpha = \alpha'd \\ \beta = \beta'd \end{cases} \quad (\text{II.5})$$

A un effort donné F_0 , l'ouverture des fissures u_0 dépend donc linéairement¹ de la distance à leurs voisins d (équation (II.6)). Les ouvertures à 66 N et 80 N sont présentées sur la figure II.33 ainsi que les droites issues de la modélisation linéaire (calculées à partir des coefficients α' , α'' , β' et β'' déterminés par régressions linéaires des données présentées sur la figure II.32).

$$\begin{cases} u_0(d) = \alpha_0 d \\ \alpha_0 = \alpha'F_0 + \beta' \end{cases} \quad (\text{II.6})$$

1. Une étude des ouvertures de fissure dans les minicomposites C/SiC effectuée par LEBRUN [Leb96] a mis en évidence, dans ce cas particulier (matériau fissuré à charge nulle), un lien de proportionnalité entre l'ouverture à saturation et la distance interfissure.

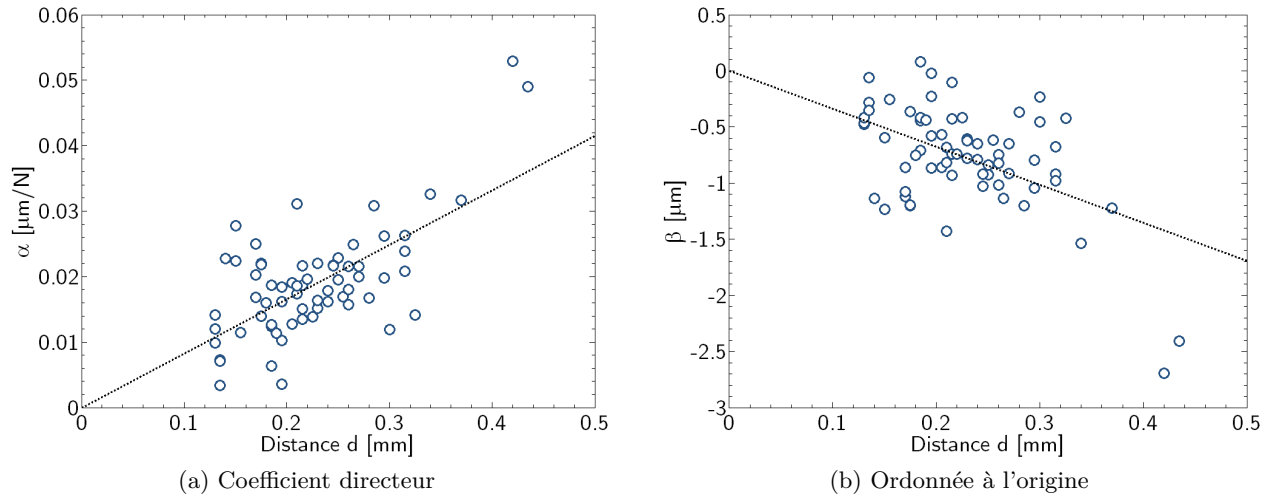


Figure II.32 – Evolution des paramètres de régression linéaire des ouvertures sur la force, en fonction de la distance entre voisines

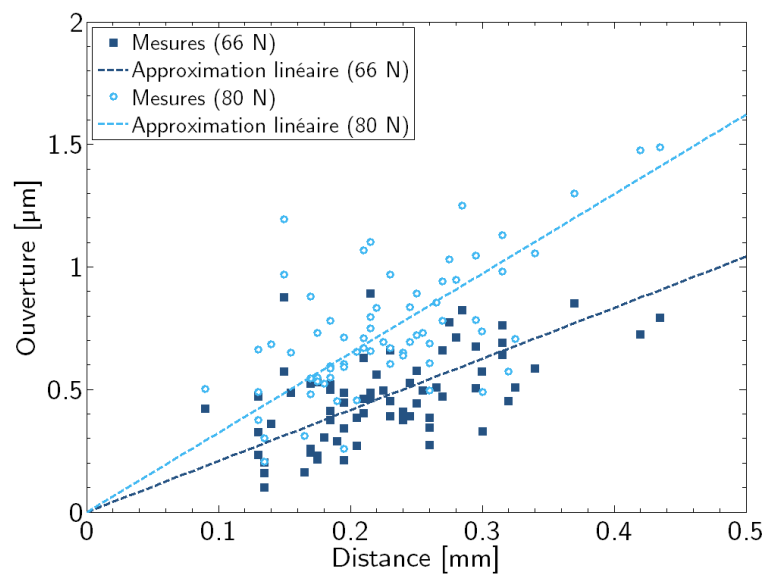


Figure II.33 – Ouvertures à 66 N et 80 N en fonction de la distance moyenne aux fissures voisines

Afin de confirmer ces résultats, des régressions linéaires ont été effectuées sur les évolutions des ouvertures en fonction de la force pour les trois autres essais. La saturation n'ayant pas pu être observée pendant plusieurs paliers consécutifs pour ces essais, toutes les évolutions ne peuvent pas être assimilées à des droites, elles peuvent être en effet “perturbées” par l'apparition d'une nouvelle fissure voisine. Ainsi, pour les essais 1, 2 et 3, seules les fissures apparues suffisamment tôt pour obtenir au moins trois mesures d'ouverture consécutives sont analysées. De plus, toutes celles dont l'évolution de l'ouverture en fonction de la force ne peut être assimilée à une droite (coefficient de corrélation inférieur à 0,9) ne sont pas prises en compte.

Les différents coefficients α et β (équation (II.4)) obtenus, pour les fissures répondant à ces deux critères, sont présentés sur la figure II.34. Même si la dispersion est plus importante, notamment pour les distances inter-fissures les plus élevées, la tendance globale de l'augmentation de la pente et de la diminution de l'ordonnée à l'origine avec la distance sont confirmées.

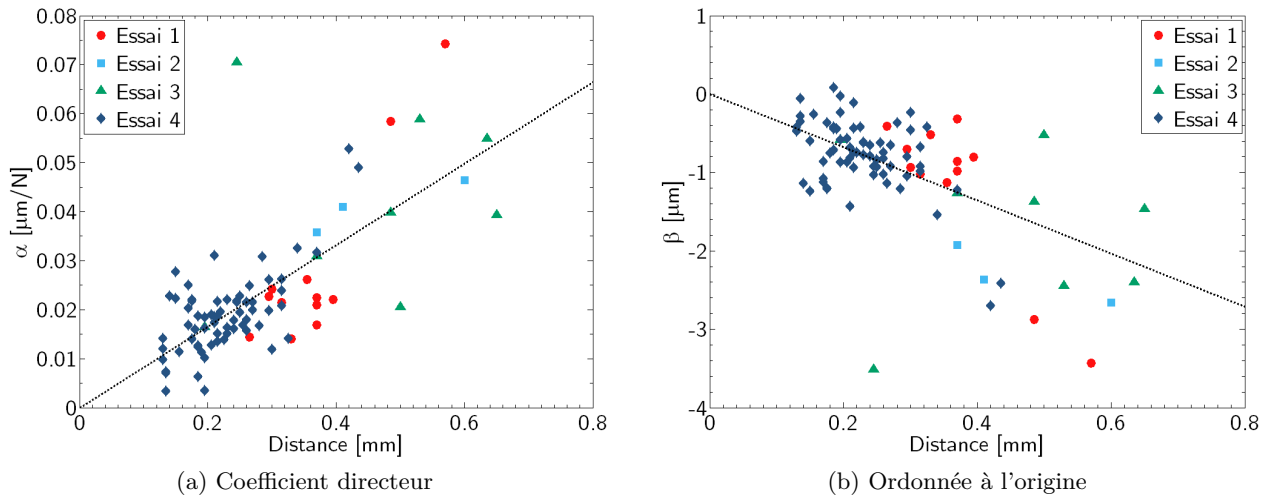


Figure II.34 – Comparaison des paramètres de régression linéaire des ouvertures sur la force (les droites en trait pointillé correspondent aux droites de régression identifiées à partir de l'essai 4)

Cette dépendance linéaire de l'ouverture de fissure à la distance moyenne aux fissures voisines met en évidence l'effet d'écrantage. Une fissure s'ouvre d'autant plus et d'autant plus vite que ses voisines sont éloignées. La connaissance des distances interfissures, et des coefficients α et β définis ci-dessus, peut également permettre d'estimer un ordre de grandeur des ouvertures de chaque fissure, pour ce lot de minicomposites.

II.3.2.4 Limitations

Si la technique de mesure d'ouverture est relativement précise, des incertitudes au niveau de la localisation des fissures et de leur niveau de charge d'apparition existent. Nous avons en effet montré grâce aux observations tomographiques que les fissures n'étaient pas forcément planes et pouvaient s'étendre sur une longueur de 140 μm environ (voir §II.2.3.1). Même en surface du minicomposite, des fissures dont la largeur est importante ont pu être observées (exemple figure II.35). En plus de fissures qui ne sont pas parfaitement perpendiculaires à la direction de traction, il existe des fissures avec *ramifications* (figure II.35c) et des fissures *en escalier* (figure II.35a). Ces deux types de fissure ont également été observés à partir des éprouvettes d'essai macroscopique post-mortem (voir figure II.5).

Aucune fissure avec *ramifications* n'est apparue dans la zone observée en tomographie, mais les fissures *en escalier* correspondent probablement aux extrémités d'une même fissure en forme d'hélice (mise en évidence §II.2.3.1). Notons qu'en plus d'une estimation approximative de la position de la fissure, les fissures avec *ramifications* ne présentent pas une ouverture constante. L'ouverture au niveau des ramifications est plus faible qu'au niveau de la branche principale (figure II.35d).

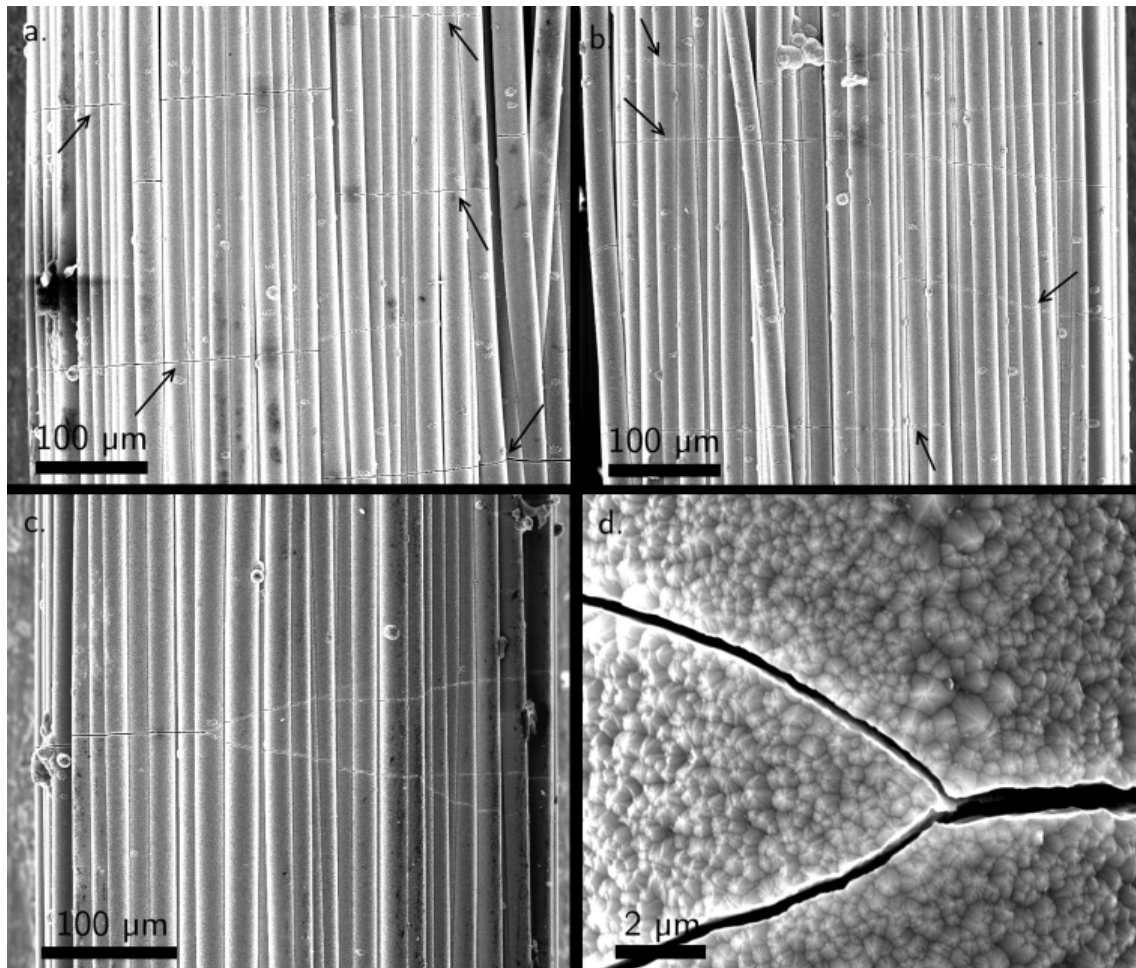


Figure II.35 – Exemple de fissures atypiques observées lors des essais in-situ MEB

Enfin, compte-tenu des étapes de propagation mises en évidence par tomographie, l'observation unilatérale de l'éprouvette n'exclut pas l'apparition de fissures sur la face "cachée" du minicomposite. Il est donc possible que certains paliers de première apparition soient surestimés.

II.4 SYNTHÈSE

Ce chapitre présente des essais de traction et techniques d'observation permettant d'obtenir des informations complémentaires sur le comportement mécanique et l'endommagement des minicomposites SiC/SiC. Les essais de traction classiques mettent en évidence les effets de l'endommagement sur le comportement macroscopique, mais ne permettent pas de suivre son évolution, aussi bien en surface qu'au sein de l'éprouvette. Les observations de la fissuration matricielle sont limitées à des observations surfaciques post-mortem. Ainsi, les essais de traction in-situ en *tomographie* permettent de caractériser la fissuration matricielle dans *le volume et sous charge* mais sur une longueur relativement faible (pour des observations en images 3D). L'alternative de l'observation par *radiographie* permet de caractériser toute l'éprouvette en un temps d'acquisition acceptable mais est insuffisant pour caractériser la morphologie des fissures. C'est par contre une technique appropriée à l'observation d'un *nombre significatif de ruptures de fibre* (observées à 92 N et après rupture). Si la résolution obtenue à l'ESRF est suffisante pour voir les fissures et les ruptures de fibre, elle ne l'est pas pour quantifier les *ouvertures de fissures*. Les essais de traction in-situ en *microscopie électronique à balayage* ont donc permis de caractériser de manière *statistique* cet aspect de la fissuration matricielle, tout en étudiant la *cinétique d'apparition des fissures*.

Finalement, il est maintenant possible de conclure sur différentes caractéristiques de l'endommagement qui sont :

- la distribution des longueurs de fragments matriciels (avant ou après la saturation),
- la morphologie et la propagation des fissures matricielles,
- l'évolution de l'ouverture des fissures matricielles,
- la densité et les ouvertures des ruptures de fibre.

La figure II.36 résume les phénomènes d'endommagement observés en tomographie et sous MEB et met en évidence la complémentarité des deux techniques.

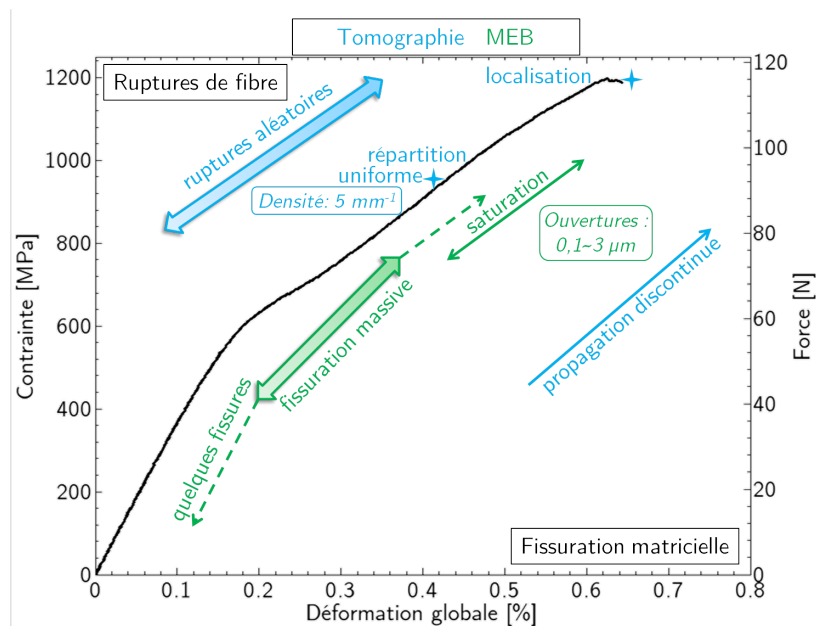


Figure II.36 – Evolution globale des phénomènes d'endommagement (ruptures de fibre à gauche de la courbe, fissuration matricielle à droite) observés en tomographie et sous MEB (respectivement en bleu et en vert).

Les observations post-mortem (tous essais confondus, en considérant que l'éprouvette N° 1 testée en tomographie est à saturation à 92 N) mettent en évidence des *distributions de fragments très hétérogènes* d'un essai à l'autre (longueur moyenne entre 220 μm et 450 μm) mais également le long d'une même éprouvette. Si les essais effectués sous MEB montrent également des différences de cinétiques d'apparition des fissures d'un essai à l'autre, la majorité des fissures apparaît au niveau de la zone non-linéaire de la courbe macroscopique, par paquet (surtout au début de la fissuration) et localisées de préférence dans les zones non-endommagées du minicomposite.

L'incertitude sur la position d'une fissure est importante (plusieurs dizaines de micromètres), puisque les observations in-situ en tomographie ont montré une elongation importante des fissures dans la direction des fibres. *Les fissures observées et analysées, à six niveaux de charge, sont pour la plupart non planes mais ont plutôt la forme d'une hélice dans l'axe des fibres*, dont la largeur peut atteindre plus de 100 μm . Certaines fissures observées sous MEB et après essais de traction classiques présentent des morphologies similaires.

Si les fissures finissent par traverser totalement la section, la propagation au sein du minicomposite est progressive et discontinue. En effet, différents stades de propagation ont pu être distingués lors des observations tomographiques : l'initiation de la fissure en périphérie du minicomposite, sa propagation sur toute la périphérie et enfin sa propagation au centre de la section du minicomposite. Cette propagation n'est de plus achevée qu'à des chargements élevés, après la saturation de la fissuration matricielle. Enfin, la plupart des fissures principales observées sont apparues en périphérie de la section, mais certaines sont issues de la croissance de fissures secondaires, petites zones fissurées à l'intérieur du minicomposite. La majeure partie des fissures secondaires reste malgré tout localisée dans la section. Ces résultats contredisent l'hypothèse de propagation instantanée de la fissure matricielle dans toute la section utilisée classiquement dans les modélisations 1D.

Les ouvertures des fissures matricielles, variant de quelques dizaines de nanomètres à quelques micromètres ont été observées sous MEB et à différents niveaux de chargement. Même s'il peut exister quelques imprécisions au niveau des positions des fissures, le lien entre ouverture de fissure et distance aux fissures voisines (phénomène d'écrantage) est mis en évidence après la saturation de la fissuration matricielle. Il apparaît en effet que *l'évolution de l'ouverture par rapport à la force appliquée dépend directement de la distance moyenne aux deux fissures voisines.*

Enfin, *les ruptures de fibre* (observées par des radiographies sous charge et post-mortem) *apparaissent de manière uniforme le long du minicomposite, de préférence dans des zones de fissuration matricielle, et à des chargements très inférieurs à celui de la rupture ultime.* La densité observée est relativement faible (5 fibres/mm à 92 N i.e. 950 MPa) et les fibres semblent rompre une fois les fissures matricielles propagées. Une augmentation importante de la densité de ruptures de fibre ainsi que de leur ouverture est constatée post-mortem aux alentours de la zone de la rupture ultime. Cette *localisation* peut s'expliquer par des effets dynamiques dus à la rupture elle-même, ou bien par une concentration des ruptures menant à la rupture. Ces observations montrent également qu'une fibre peut rompre à deux reprises le long du minicomposite. Comme nous le verrons au chapitre III, ce résultat suggère de prendre en compte un transfert de charge le long des fibres rompues [Cur91b, Pho93] pour modéliser l'endommagement des fibres, plutôt que de considérer qu'une fois rompues les fibres ne participent plus à la reprise de charge [Lis97a, Lam01].

Les données collectées sur les fissures matricielles et les ruptures de fibre vont permettre d'identifier un modèle 1D d'endommagement qui sera détaillé dans le chapitre III. Ce modèle pourra alors être validé à l'échelle microscopique grâce aux mesures statistiques effectuées (ouvertures, fragments matriciels, densité de ruptures de fibre).

Modélisation de l'endommagement longitudinal et validation multi-échelle

L'objectif de ce chapitre est de modéliser le comportement endommageable du composite à partir des propriétés des constituants, mais aussi de prévoir l'évolution des phénomènes d'endommagement à l'échelle microscopique. Un point essentiel réside dans la volonté de valider le modèle sur le comportement macroscopique, bien sûr, mais également sur les résultats expérimentaux obtenus au chapitre II à l'échelle microscopique : densité et ouverture des fissures matricielles, densité de ruptures de fibre. L'étude du comportement des composites à matrice céramique implique la représentation des phénomènes d'apparition de ruptures dans la matrice et dans les fibres, de la redistribution des efforts entre les fibres et la matrice le long de l'interface endommagée, et de l'interaction entre fissures et/ou ruptures de fibre. Dans une logique d'étude multi-échelle et afin de bien comprendre ces interactions entre phénomènes microscopiques, et leur impact sur le comportement macroscopique, nous privilégions l'étude de modèles micromécaniques, qui, à partir de données sur les constituants et leurs interfaces ainsi que leur organisation spatiale, pourront fournir des informations sur la réponse macroscopique et sur l'état d'endommagement du minicomposite.

Nous choisissons donc d'utiliser un modèle probabiliste d'endommagement, fondé sur des hypothèses simples de description des profils de contrainte le long des décohésions interfaciales et des transferts de charge entre fibres et matrice. De tels modèles existent dans la littérature, mais s'intéressent généralement indépendamment aux deux types de phénomènes d'endommagement, à savoir la multifissuration matricielle et les ruptures de fibre menant à la ruine du composite. L'absence de modèle probabiliste unidirectionnel traitant l'interaction des deux phénomènes tout en donnant des résultats à l'échelle macroscopique comme à l'échelle microscopique a conduit au développement d'un modèle complet à partir des hypothèses classiquement utilisées. Il utilise en outre les notions de distribution aléatoire des contraintes à rupture, de transfert de charge selon une contrainte de cisaillement interfacial constante (pour l'endommagement de la matrice et des fibres) et une redistribution globale de la charge lors de la rupture des fibres.

Après avoir exposé et validé les principes de fonctionnement du modèle, nous présenterons la démarche d'identification adoptée. Les propriétés des fibres et de la matrice (élasticité et statistique de rupture) sont fixées sur la base de résultats expérimentaux. Les propriétés de l'interface sont ajustées afin de valider la modélisation aux échelles macroscopique et microscopique. Cette identification est effectuée en deux temps, puisque la multifissuration matricielle apparaît majoritairement avant et indépendamment de la rupture des fibres. Nous montrerons qu'il est possible d'identifier des paramètres interfaciaux cohérents avec les modélisations classiques pour représenter la multifissuration matricielle, tels que les prévisions des longueurs de fragment et des ouvertures soient cohérentes avec les observations. A l'inverse, nous montrerons que la prise en compte des ruptures de fibre, sans modification des hypothèses usuelles, ne permet pas de reproduire le comportement macroscopique ni les densités de ruptures qui lui sont indissociables. Différentes pistes sont alors proposées afin d'améliorer cette validation expérimentale.

Sommaire

III.1 Présentation du modèle	99
III.1.1 Cadre de l'étude	99
III.1.1.1 Comportement interfacial	99
III.1.1.2 Multifissuration matricielle	102
III.1.1.3 Rupture des fibres	103
III.1.2 Modèle utilisé	105
III.1.2.1 Hypothèses	106
III.1.2.2 Mise en œuvre numérique	113
III.1.2.3 Considérations numériques	119
III.2 Identification : fissuration matricielle	123
III.2.1 Paramètres initiaux	123
III.2.1.1 Paramètres géométriques et élastiques	123
III.2.1.2 Distribution des contraintes à rupture	123
III.2.1.3 Paramètres interfaciaux	124
III.2.2 Cas classique : énergie de décohésion interfaciale nulle	125
III.2.2.1 Effets de la contrainte de cisaillement interfacial à positions et paliers d'apparition des fissures fixés	125
III.2.2.2 Effets de la contrainte de cisaillement interfacial avec apparition aléatoire des fissures	128
III.2.3 Identification à partir des ouvertures	129
III.2.4 Identification sur le modèle complet	132
III.2.5 Synthèse et validation	133
III.3 Identification : ruptures de fibre	135
III.3.1 Paramètres initiaux et module tangent	135
III.3.2 Contrainte de cisaillement interfacial	137
III.3.2.1 Effets de bords	137
III.3.2.2 Effets de la contrainte de cisaillement interfacial associée aux ruptures de fibre	139
III.3.2.3 Identification de la contrainte de cisaillement interfacial associée aux ruptures de fibre	140
III.3.3 Modifications envisagées	142
III.3.3.1 Distribution des contraintes à rupture	142
III.3.3.2 Partage de charge local	144
III.3.3.3 Ajout d'effets dynamiques	146
III.4 Synthèse : validation multi-échelle et limites du modèle final	152
III.4.1 Validation macroscopique	152
III.4.2 Validation microscopique	153
III.4.2.1 Fissuration matricielle	153
III.4.2.2 Ruptures de fibre	155
III.4.3 Limitations	157
III.4.4 Résumé	158

III.1 PRÉSENTATION DU MODÈLE

Cette première partie a pour objectif de présenter les principes et le fonctionnement du modèle 1D utilisé. Différentes études antérieures proposent des modélisations des phénomènes d'endommagement, la fissuration matricielle et les ruptures de fibre, à travers notamment l'étude fondamentale du comportement interfacial. Ces modélisations ne prennent cependant généralement pas en compte l'interaction des deux phénomènes. Nous proposons donc un modèle probabiliste complet qui utilise des principes déjà utilisés (distribution aléatoire des contraintes à rupture de la matrice et des fibres, contrainte de cisaillement interfacial constante, partage de charge global entre les fibres), mais qui tient compte de cette interaction tout en prévoyant le comportement macroscopique et les caractéristiques microscopiques de l'endommagement.

Deux types de mise en œuvre numérique sont présentés. L'une évolue à pas de chargement constant, et est donc susceptible d'activer plusieurs événements (*i.e.* fissure matricielle ou rupture de fibre), l'autre recherche par dichotomie l'incrément de chargement à appliquer pour ne déclencher qu'un seul événement. La deuxième implémentation, plus lourde, servira à valider la première qui sera finalement utilisée. Des considérations numériques telles que l'effet du pas de chargement et de la discrétisation spatiale seront discutées afin de valider la mise en œuvre du modèle.

III.1.1 Cadre de l'étude

L'étude de l'endommagement de composites à renfort fibreux est l'objet de diverses modélisations, qui concernent aussi bien la fissuration matricielle, le comportement d'interfaces endommagées ou les ruptures de fibre. Différents types de modèles ont récemment été listés par exemple par MISHNAEVSKY [Mis09a]. Des techniques fondées sur la mécanique de la rupture (pontage de fissure par les fibres [Dan93, Mar85, Mar88, Sla93, Bud95]) ou des modèles numériques (éléments finis, modèles de zones cohésives [Wal98, Mon00, Wan09a, Mis09b]) peuvent entre autres être utilisés. Nous nous focalisons cependant sur les descriptions analytiques des profils de contrainte, de type *shear lag* ("trainage de cisaillement") où la contrainte interfaciale représente le frottement le long de l'interface endommagée, l'objectif étant d'étudier un modèle simple, unidirectionnel, donnant accès à une représentation probabiliste du comportement (notamment des mécanismes d'endommagement). On remarquera ici que l'interphase, d'épaisseur non nulle (mais faible) est représentée par une interface (d'épaisseur nulle).

III.1.1.1 Comportement interfacial

Comme le résume l'article de revue de EVANS et ZOK [Eva94b], le comportement de l'interface est le plus généralement caractérisé par deux paramètres, l'un associé à la rupture de l'interface et l'autre à son glissement. La rupture de l'interface déviant une fissure matricielle est supposée impliquer une énergie de décohésion Γ_i [He89, Hut90]. Le glissement le long de l'interface endommagée (déviations d'une fissure) est supposé être contrôlé par une contrainte de cisaillement interfacial τ qui peut prendre différentes formes suivant les modèles, avec différents degrés d'approximation [Mar92, Kaf06]. La résistance au glissement peut être contrôlée entre autres par les contraintes résiduelles d'origine thermique (induite par des différences de coefficients de dilatation des constituants), mais aussi par la rugosité de surface des fibres (des aspérités de surface peuvent induire une contrainte de frottement supplémentaire lors du glissement) [Par97, Sau10]. Ces effets sont de plus liés aux propriétés du matériau d'interphase.

Le modèle le plus simple consiste à considérer que la contrainte de cisaillement interfacial τ est constante le long de la décohésion [Mar87, Wei91]. Dans la plupart des cas pour les fibres dont la

rugosité est faible (et donc à interface faible), le comportement de l'interface est supposé être dominé par la partie constante de τ [Lam95, Eva94b, Cal98]. C'est sous cette forme simple que l'interface est généralement modélisée dans les composites SiC/SiC [Lis97a, Cur98, Sau10, Cas10].

Cette analyse simple néglige cependant les effets de dilatation transversale de la fibre (effet de Poisson) qui sont pris en compte dans des modèles introduisant un frottement de Coulomb. La contrainte de cisaillement interfacial peut par exemple s'écrire alors sous la forme $\tau = \mu\sigma_r$ [She88], où σ_r est la contrainte radiale de compression. Cette expression mène à la forme évoluée [Wei91] $\tau = \tau_0 + \mu(\sigma_0 + k\sigma_f)$, où τ_0 est une base de résistance constante au glissement, σ_0 la contrainte résiduelle radiale, σ_f la contrainte dans la fibre et k une grandeur fonction des paramètres élastiques de la fibre et de la matrice.

Enfin, le modèle de décohésion proposé par HUTCHINSON et JENSEN [Hut90] est un des modèles fondateurs dont les résultats et expressions sont reprises régulièrement (notons qu'une analyse fine du modèle est proposée par MARSHALL [Mar92]). Le modèle propose une étude analytique de la contrainte axiale d'une fibre isotrope transverse de rayon R_f et de fraction surfacique f , enchâssée dans un cylindre de matrice isotrope de rayon R , et soumise à la contrainte σ_a à une de ses extrémités (figure III.1). Ce modèle est un des plus complets puisqu'il prend non seulement en compte les effets de déformation transversale de la fibre, mais aussi les déformations d'origine thermique à l'origine de contraintes thermiques résiduelles radiales et axiales (qui dans certains cas peuvent avoir un effet important [Mar92]). L'énergie de décohésion interfaciale Γ_i est également intégrée au modèle.

La décohésion est traitée comme une rupture d'interface en mode II, et deux caractérisations du glissement interfacial sont considérées : une contrainte de frottement constante τ et un frottement de Coulomb de la forme $\tau = \mu\sigma_r$ (où σ_r est la contrainte radiale, considérée en compression).

Le modèle décrit les contraintes axiales dans la fibre σ_f et dans la matrice σ_m , ainsi que la contrainte radiale à l'interface σ_r et déformations¹ axiales de la fibre et de la matrice (ϵ_f et ϵ_m), de part et d'autre du front de décohésion, en fonction des propriétés élastiques des constituants (E_m , module de Young de la matrice et coefficients a_i , b_i et c_i ²), de la contrainte globale $\bar{\sigma} = f\sigma_a$ et de la différence de déformation axiale ϵ^T induite par les différences de coefficients de dilatation.

Les contraintes et déformations *avant le front de décohésion* (désignées par le symbole +), issues de l'équilibre axial global, des conditions de continuité de la contrainte radiale et des déplacements u_r à l'interface fibre/matrice et de l'égalité des déformations de la fibre et de la matrice, sont définies par les relations suivantes :

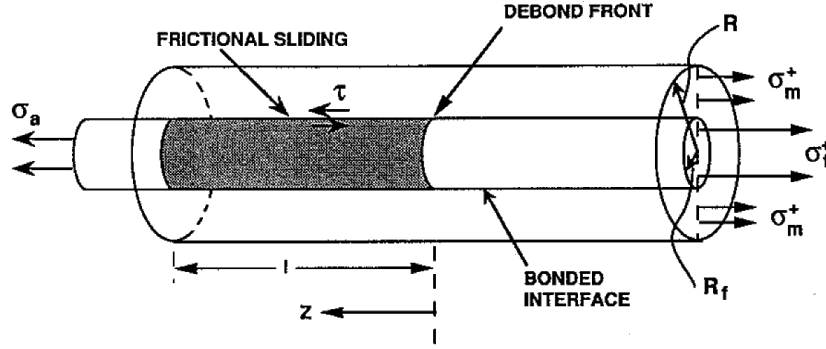
$$\begin{cases} \sigma_f^+ = a_1\bar{\sigma} - a_2E_m\epsilon^T \\ \sigma_r^+ = a_3\bar{\sigma} - a_4E_m\epsilon^T \\ \epsilon_f^+ = \epsilon_m^+ = a_5(\bar{\sigma}E_m^{-1}) + a_6\epsilon^T \end{cases} \quad (\text{III.1})$$

L'évaluation de la différence d'énergie stockée de part et d'autre du front de décohésion pour une propagation unitaire de la fissure de décohésion (considérée à l'état stationnaire) met en évidence un saut de contrainte γ *au niveau du front de décohésion* pour assurer la propagation de la décohésion de l'interface. Ce saut de contrainte est lié à l'énergie de rupture de l'interface :

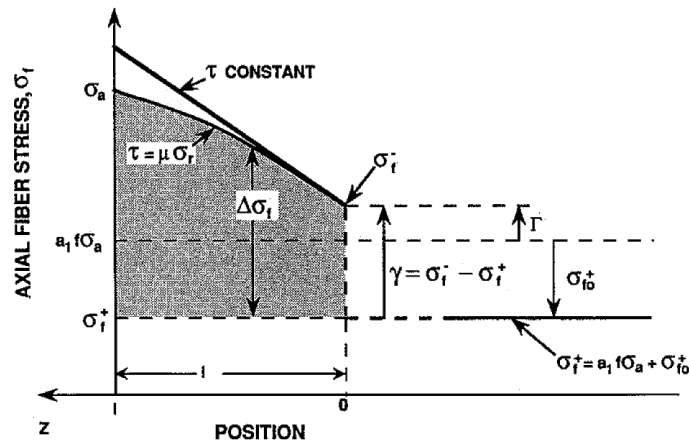
$$\gamma \equiv \sigma_f^- - \sigma_f^+ = \frac{1-f}{f} \frac{1}{c_1c_3} \left(\frac{E_m\Gamma_i}{R_f} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{III.2})$$

1. Les déformations sont définies par rapport à l'état de référence de la fibre seule libre de contrainte et à température ambiante.

2. Les coefficients a_i , b_i et c_i sont des grandeurs sans dimension combinant des paramètres élastiques de la matrice et des fibres. Les expressions, définies par HUTCHINSON et JENSEN [Hut90], varient suivant le type de comportement des constituants, et sont rappelées annexe E.



(a) Schéma du composite modélisé



(b) Evolution de la contrainte axiale dans la fibre en traction

Figure III.1 – Modèle de composite cylindrique étudié par HUTCHINSON et JENSEN, et MARSHALL (figure tirée de [Mar92])

Au delà du front de décohésion, il y a glissement relatif de la fibre par rapport à la matrice. Les contraintes et déformations sont calculées en fonction de la différence de contrainte $\Delta\sigma_f$ (où $\Delta\sigma_f = \sigma_f - \sigma_f^+$, etc.) qui dépend directement de τ . L'équilibre axial du composite devient :

$$\Delta\sigma_m = f(1-f)^{-1} \Delta\sigma_f \quad (\text{III.3})$$

auquel s'ajoutent les conditions de continuité de $\Delta\sigma_r$ et Δu_r qui donnent :

$$\begin{cases} \Delta\sigma_r = b_1 \Delta\sigma_f \\ \Delta\epsilon_f = b_2 \Delta\sigma_f / E_m \\ \Delta\epsilon_m = -b_3 \Delta\sigma_f / E_m \end{cases} \quad (\text{III.4})$$

Dans le cas couramment retenu où τ est constant, $\Delta\sigma_f$ est déterminé grâce à la relation (III.2) et la relation suivante qui exprime l'équilibre axial de la fibre :

$$\sigma_f = \sigma_f^- + 2\tau \frac{z}{R_f} \quad (\text{III.5})$$

Pour finir, les coefficients b_i dépendent non seulement des paramètres élastiques mais varient suivant le type de conditions aux limites utilisées. HUTCHINSON et JENSEN définissent deux types de conditions aux limites en surface de la matrice :

- Type I : les contraintes normales et de cisaillement sont nulles (pour $r = R$). Ces conditions sont donc appropriées pour représenter un microcomposite.
- Type II : la contrainte de cisaillement est nulle mais le déplacement est contraint à être égal à celui du côté de la décohésion (*i.e.* $u_r^+(R)$). Ces conditions constituent une approximation pour modéliser un arrangement hexagonal de cellules fibre/matrice dans un composite unidirectionnel.

Les conditions de type II sont donc plus appropriées à la modélisation du minicomposite. Nous utiliserons donc les coefficients correspondants. Cependant, compte-tenu du faible contraste entre les modules de Young des fibres et de la matrice, les coefficients b_i ont des valeurs très proches, et peuvent être considérés égaux dans ce cas particulier. La modélisation du microcomposite est donc quasi identique à celle du minicomposite.

III.1.1.2 Multifissuration matricielle

La multifissuration de la matrice est représentée par des ruptures successives de la matrice auxquelles sont attribuées des longueurs de décohésion liées au comportement de l'interface endommagée. CASTELIER et al. [Cas10] proposent une synthèse sur la modélisation de la multifissuration dans les composites unidirectionnels. Comme pour l'étude du comportement interfacial, les principes de modélisation sont établis pour des microcomposites.

Les ruptures matricielles reposent sur une description spatiale d'une population de défauts suivant une loi de Weibull unimodale [Wei51], description usuelle pour les matériaux fragiles. Ainsi, la probabilité de tenue P d'un fragment matriciel de volume V soumis à la contrainte σ_m est définie par :

$$P = \exp \left(- \frac{V}{V_0} \left(\frac{\sigma_m}{\sigma_0} \right)^m \right) \quad (\text{III.6})$$

Les paramètres de la loi de Weibull sont le paramètre d'échelle σ_0 , le module m et le volume de référence V_0 (qui vaut généralement 1 m^3 ou 1 mm^3).

L'augmentation de la contrainte matricielle entraîne donc des ruptures successives de la matrice (c'est-à-dire des fissures), générant des fragments matriciels (limités par deux fissures) de plus en plus petits. La longueur de ces fragments, et donc le nombre de fissures et leur position, va dépendre directement du comportement interfacial décrit précédemment. Comme évoqué §III.1.1.1, les modèles probabilistes 1D supposent généralement que la contrainte de cisaillement interfaciale τ est constante et que l'énergie de décohésion interfaciale est nulle [Cur93b, Ahn97, Lis97a, Gui96a, Mor99b, Cas10].

Différentes approches sont proposées dans la littérature pour mettre en œuvre les modèles de multifissuration, et ont été récemment analysées et classées en trois catégories par CASTELIER et al. [Cas10] qui montrent de plus qu'elles sont équivalentes :

- L'approche des *contraintes à rupture aléatoires* [Cur93a, Bax95, DiB97] consiste à modéliser une longueur finie de composite discrétisé en un nombre important de segments auxquels sont attribués aléatoirement une contrainte à rupture. L'augmentation de la contrainte globale entraîne l'apparition d'une fissure quand une contrainte locale matricielle atteint une contrainte

à rupture. Le caractère aléatoire est donc intégralement issu de la génération initiale des contraintes à rupture, le système évolue ensuite de manière déterministe.

- L'approche des *fissures aléatoires* [Gui96a, Lis97a, Lam09] considère le composite comme un ensemble de fragments matriciels qui deviennent de plus en plus petits avec l'apparition de nouvelles fissures. Les contraintes de fissuration des fragments et la position des nouvelles fissures sont liées à des considérations statistiques basée sur la loi de Weibull et la loi de comportement de l'interface. Un modèle sans les approximations (discrétisation du chargement, ou localisation aléatoire ou déterministe des fissures le long du composite par exemple) qui peuvent apparaître dans ce type d'approche est proposé dans [Cas10].
- L'approche *continue* [Cur91a, Hui95] s'intéresse également à l'évolution d'une population de fragments matriciels. Le composite modélisé est cette fois de longueur infinie, menant à une expression analytique continue de la distribution de longueurs de fragment.

Les bases de ces modèles sont définies pour le cas simple du microcomposite et étendues directement aux minicomposites, supposés contenir plusieurs fibres alignées et identiques.

III.1.1.3 Rupture des fibres

La modélisation des ruptures de fibre est une problématique spécifique au minicomposite qui contient un grand nombre de fibres. En effet, si la rupture de la fibre d'un microcomposite entraîne immédiatement celle du composite (si la matrice est fissurée), la rupture d'un minicomposite n'intervient que lorsque toutes les fibres ont cédé. L'introduction des ruptures de fibre aura donc un effet sur la rupture ultime, mais aussi sur le comportement du composite.

Comme pour les ruptures matricielles, les ruptures de fibre sont régies par une loi de Weibull similaire à celle de la matrice [Cur91a, Neu93, Hui95, DiB97]. Chaque rupture implique également une redistribution de la charge perdue par la fibre rompue à modéliser. Avant d'aborder les modèles de redistribution, notons que nous n'aborderons ici que le cadre du *partage de charge global* (Global Load Sharing, GLS), c'est-à-dire que les charges sont supposées être redistribuées de manière égale sur l'ensemble des autres fibres. Il a en effet été constaté que cette d'hypothèse, bien que simplificatrice, convient pour la description de la plupart des composites à matrice céramique [Eva94b, Lis97a], en particulier pour les contraintes de cisaillement interfacial faibles [Cur93c].

En ce qui concerne la modélisation de la redistribution des contraintes engendrées par chaque rupture, deux approches majeures peuvent être distinguées dans le cadre des modèles 1D. Le cadre de la première approche, les modèles de *faisceau de fibres*, a été initialement établi par DANIELS [Dan45]. Ce type de modèle considère qu'une fois rompues, les fibres ne peuvent plus reprendre de charge sur toute leur longueur. La contrainte initialement supportée est donc intégralement redistribuée sur toutes les autres fibres intactes et sur toute la longueur du composite. De telles hypothèses ont déjà été prises en compte pour modéliser le comportement et la rupture de composites SiC/SiC [Lis97a, Lam01], impliquant des proportions de fibres rompues liée à la loi de Weibull. La caractérisation expérimentale des ruptures de fibre présentée dans le chapitre II montre cependant que ce type de modèle n'est pas le plus adapté pour représenter les minicomposites étudiés, puisqu'une même fibre doit pouvoir rompre plusieurs fois.

La deuxième approche suppose que chaque rupture de fibre engendre une longueur de décohésion le long de laquelle la contrainte de la fibre rompue augmente linéairement jusqu'à retrouver sa contrainte initiale [Cur91b, Pho92, Pho93, Pho97]. La longueur de décohésion l_f s'exprime, comme dans le cas de

la fissuration matricielle, en fonction de la contrainte de cisaillement interfaciale τ considérée constante et de la contrainte σ_f à recouvrer :

$$l_f(\sigma_f) = \frac{R_f \sigma_f}{2\tau} \quad (\text{III.7})$$

Tout segment de la fibre contenu dans la longueur de décohésion est alors considéré comme endommagé, et ne peut plus reprendre de charge. La contrainte perdue par la fibre rompue est alors répartie de manière égale sur l'ensemble des fibres intactes (c'est-à-dire qui ne sont pas endommagées dans la section considérée).

Comme pour la modélisation de la multifissuration matricielle, ces hypothèses sont utilisées dans le cadre de modèles numériques [Cur93a, Bax95, Ibn95, DiB97, Pho97], où les contraintes à rupture des fibres sont initialement générées suivant une distribution de Weibull, ou de modèles analytiques [Cur91b, Pho92, Pho93, Hil94, Pho97, Cur98], donnant des résultats moyens en fonction des paramètres de Weibull.

L'objectif de l'essentiel de ces modèles est d'étudier le comportement à rupture uniquement du composite, sans décrire le comportement complet. Ils utilisent donc des approximations pour simplifier l'interaction avec les fissures matricielles. La fissuration est supposée quasi-périodique et arrivée à saturation avant les premières ruptures de fibres. La contrainte matricielle est alors considérée comme négligeable, permettant ainsi d'ignorer les oscillations de la contrainte des fibres intactes dues au transfert de charge des fissures matricielles. En outre, ces modèles ne permettent pas d'accéder à une caractérisation statistique des phénomènes d'endommagement à l'échelle locale.

Le modèle analytique proposé par CURTIN et al. [Cur98] est un des modèles les plus évolués impliquant les ruptures de fibre, puisqu'il s'intéresse à l'interaction avec la fissuration matricielle. Le modèle fournit l'évolution de la déformation globale en fonction de la contrainte appliquée en distinguant la déformation liée à la fissuration matricielle (quand les fibres sont intactes) et la déformation supplémentaire liée aux ruptures de fibre.

En ce qui concerne la fissuration matricielle, le modèle proposé s'appuie principalement sur les résultats de AHN et CURTIN [Ahn97]. Il suppose que la fissuration est périodique (distance inter-fissure \bar{x} constante le long du composite). La redistribution des contraintes à l'interface est effectuée grâce à une contrainte de cisaillement interfacial constante τ et tient compte du saut de contrainte défini par HUTCHINSON et JENSEN [Hut90]. La déformation globale peut alors être calculée à tout niveau de contrainte en fonction des paramètres de Weibull de la matrice, des paramètres interfaciaux et des paramètres élastiques. Notons que l'expression finale dépend de l'état de saturation de la fissuration matricielle.

En ce qui concerne les ruptures de fibre, la déformation additionnelle $\Delta\epsilon$ induite par l'endommagement des fibres à la contrainte appliquée σ est déterminée par la relation (III.8) si la fissuration matricielle n'est pas arrivée à saturation (*i.e.* $\bar{x} > 2\delta$, où \bar{x} est le pas de fissuration moyen et δ la longueur de décohésion associé à une fissure matricielle). Dans le cas où la saturation est atteinte (*i.e.* $\bar{x} < 2\delta$), elle est déterminée par la relation (III.9).

$$\Delta\epsilon = \frac{1}{E_f} \left(T - \frac{\sigma}{f} \right) \left(\frac{2\delta}{\bar{x}} \right) \quad (\text{III.8})$$

$$\Delta\epsilon = \frac{1}{E_f} \left(T - \frac{\sigma}{f} \right) \quad (\text{III.9})$$

T désigne la contrainte supportée par les fibres non rompues et est obtenue en inversant la relation (III.10). La variable $q(z_0, T)$ désigne la probabilité de rupture des fibres sur une longueur z_0 définie à partir d'une fissure matricielle ($z_0 = \bar{x}/2$ si la fissuration matricielle est saturée, et $z_0 = \delta$ sinon) et est définie par l'équation (III.11).

$$\frac{\sigma}{f} = T \left[1 - q(z_0, T) \left(1 + \frac{\delta_c T}{2\bar{x}\sigma_c} \right) \right] \quad (\text{III.10})$$

$$q(z_0, T) = 1 - \exp \left[- \left(1 - \left(1 - \frac{z_0}{l_s} \right)^m \right) \frac{(T/\sigma_c)^{m+1}}{m+1} \right] \quad (\text{III.11})$$

Où l_s correspond à la longueur de décohesion engendrée par une rupture de fibre pour retrouver la contrainte T ($l_s = R_f T / 2\tau$). Enfin, σ_c et δ_c sont deux grandeurs caractéristiques du comportement à rupture du composite et dépendant des paramètres de Weibull des fibres (σ_0, m, L_0) :

$$\sigma_c = \left(\frac{\sigma_0^m \tau L_0}{R_f} \right)^{\frac{1}{m+1}} ; \quad \delta_c = \frac{R_f \sigma_c}{\tau} \quad (\text{III.12})$$

Même si ce modèle permet d'obtenir une courbe de comportement macroscopique complète, il ne permet pas d'accéder à une caractérisation statistique des phénomènes d'endommagement à l'échelle microscopique. De plus, la contrainte matricielle après saturation, ainsi que les effets des ruptures de fibre sur les longueurs de décohesion des fissures matricielles, sont négligés.

Il n'existe donc pas à notre connaissance de modèle complet qui tienne compte de l'interaction entre fissuration matricielle et ruptures de fibre et qui permette de décrire le comportement macroscopique du minicomposite et l'évolution statistique des phénomènes d'endommagement. Les modèles existants établissent cependant un ensemble d'hypothèses permettant d'envisager la construction d'un tel modèle. Bien que plus lourde à mettre en œuvre, l'approche des contraintes aléatoires semble la plus appropriée, dans un premier temps, pour établir ce modèle en minimisant les risques d'approximation.

III.1.2 Modèle utilisé

Afin de pouvoir valider un modèle d'endommagement à l'échelle locale, il est nécessaire de simuler le comportement macroscopique du composite mais également les phénomènes d'endommagement eux-mêmes, à savoir les fissures matricielles et les ruptures de fibre. Or, comme cela a été présenté précédemment, si les modélisations classiques micromécaniques de la fissuration permettent d'obtenir les deux types de données, les modélisations des ruptures de fibre sont insuffisantes. L'ensemble des principes nécessaires à l'élaboration d'un modèle micromécanique pour le comportement complet a cependant déjà été établi dans certains modèles cités précédemment. Un modèle probabiliste unidirectionnel rassemblant ces hypothèses, tout en limitant les approximations nécessaires à l'élaboration de modèles analytiques, est donc proposé. L'implémentation numérique du modèle sera validée avec un jeu de paramètres particulier permettant de comparer indépendamment les résultats à des modèles sur la fissuration matricielle et sur les ruptures de fibre. Les effets de la discrétisation (en chargement ou en espace) seront discutés.

III.1.2.1 Hypothèses

Le modèle développé est un modèle unidirectionnel comportant $N + 1$ phases en parallèle, N fibres identiques et la matrice (la porosité n'intervient pas dans la section globale). Il permet la coexistence et le développement des deux populations d'endommagement principales (fissures matricielles et ruptures de fibre). Le modèle s'appuie sur les distributions statistiques des contraintes à rupture des constituants, qui définissent intégralement le caractère statistique du comportement du matériau. Ces contraintes à rupture sont définies initialement à chaque tirage le long des constituants discrétisés spatialement. Le modèle présente ensuite une évolution déterministe sur la base d'apparition d'endommagement (lorsqu'une contrainte à rupture est atteinte) et de transfert de charge de long de l'interface endommagée.

Contraintes thermiques résiduelles

Certains composites céramiques (les C/SiC par exemple [Leb96]) peuvent présenter des contraintes thermiques résiduelles dues à leur haute température d'élaboration et à la différence de coefficient de dilatation des constituants. Une analyse simplifiée des contraintes résiduelles longitudinales induites par les incompatibilités de déformation dues aux différences de coefficients de dilatation thermique des fibres et de la matrice a été donc réalisée. Cette analyse ne tient pas compte des interactions avec les effets radiaux ni des effets de Poisson. L'évolution des coefficients de dilatation (définis de manière incrémentale) en fonction de la température a été mesurée au LCTS [Mic07, Sau10], permettant d'identifier une évolution polynômiale du type $\alpha_i(T) = A_i T^2 + B_i T + C_i$ (où $i = F$ ou M) pour la matrice SiC-CVI et les fibres Hi-Nicalon S¹.

La différence de déformation libre induite par la variation de température $\Delta T = T - T_0$ (T_0 : température d'élaboration, 1000 °C) est donnée par :

$$\Delta \epsilon^T = \int_{T_0}^T (\alpha_M(T) - \alpha_F(T)) dT \quad (\text{III.13})$$

Les déformations résiduelles de la matrice ϵ_M^R et des fibres ϵ_F^R à la température T pour compenser cette différence de dilatation sont obtenues en écrivant l'équilibre du composite à charge nulle (III.14), associé à la condition de compatibilité (III.15). Les contraintes résiduelles résultantes sont exprimées équation (III.16).

$$f_M E_M \epsilon_M^R + f_F E_F \epsilon_F^R = 0 \quad (\text{III.14})$$

$$\Delta \epsilon^T = \epsilon_F^R - \epsilon_M^R \quad (\text{III.15})$$

$$\sigma_F^R = E_F \frac{\Delta \epsilon^T}{1 + \frac{f_F E_F}{f_M E_M}}, \quad \sigma_M^R = -E_M \frac{\Delta \epsilon^T}{1 + \frac{f_M E_M}{f_F E_F}} \quad (\text{III.16})$$

Ainsi, pour une fraction moyenne de fibres $f_F = 0,66$ (telle que mesurée dans le chapitre II, qu'on notera par la suite seulement f), les fibres sont soumises à une traction résiduelle d'environ 4 MPa ($\Delta \epsilon^T = -3 \cdot 10^{-5}$).

1. $A_M = -4,51 \cdot 10^{-12} \text{ } ^\circ\text{C}^{-3}$, $B_M = 9,36 \cdot 10^{-9} \text{ } ^\circ\text{C}^{-2}$, $C_M = 1,30 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ et $A_F = -2,24 \cdot 10^{-12} \text{ } ^\circ\text{C}^{-3}$, $B_F = 4,75 \cdot 10^{-9} \text{ } ^\circ\text{C}^{-2}$, $C_F = 2,91 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

Le modèle de HUTCHINSON et JENSEN [Hut90] tient quant à lui compte des interactions entre effets longitudinaux et effets radiaux. La contrainte de traction résiduelle dans les fibres est alors estimée à environ 5 MPa (équation (III.17), avec $\nu_F = \nu_M = \nu$ et sans anisotropie des coefficients de dilatation, les coefficients d'élasticité utilisés sont recensés tableau III.1 §III.1.2.3).

$$\sigma_F^R = \frac{E_M E_F (1 - f) \left(1 + \frac{E_F}{\bar{E}}\right)}{E_F + (1 - 2\nu) \bar{E}} \Delta \epsilon^T, \text{ où } \bar{E} = f E_F + (1 - f) E_M \quad (\text{III.17})$$

Les contraintes résiduelles longitudinales obtenues sont donc très faibles par rapport aux niveaux de contrainte atteints dans le composite. Elles seront donc négligées dans le modèle. Ce résultat est attendu pour des composites à fibres de troisième génération qui sont constituées de SiC cubique β comme la matrice [Noz04]. Les contraintes résiduelles thermiques radiales peuvent également être estimées par le modèle de HUTCHINSON et JENSEN et sont également négligeables (≈ 2.5 MPa).

Apparition et localisation des ruptures

Chacune des fibres et la matrice sont discrétisées sur toute leur longueur L_0 en segments de taille ΔX . Leur section (S_M pour la matrice et S_F pour chaque fibre, *i.e.* $S_F = \pi R_F^2$) ainsi que leur module de Young (E_M et E_F) sont supposés constants le long de l'axe du minicomposite. Une contrainte à rupture σ_{Ri} est attribuée aléatoirement, suivant une distribution de Weibull à une population de défauts de paramètres σ_{0i} et m_i , à chaque segment de volume $S_i \Delta X$ ($i=F$ ou M). L'équation (III.18) donne les fonctions de répartition correspondantes.

$$\begin{cases} P(\sigma_{RM}) = 1 - \exp \left[-\frac{S_M \Delta X}{V_0} \left(\frac{\sigma_{RM}}{\sigma_{0M}} \right)^{m_M} \right] \\ P(\sigma_{RF}) = 1 - \exp \left[-\frac{S_F \Delta X}{V_0} \left(\frac{\sigma_{RF}}{\sigma_{0F}} \right)^{m_F} \right] \\ \text{où } V_0 = 1 \text{ mm}^3 \end{cases} \quad (\text{III.18})$$

L'apparition d'une fissure matricielle (resp. rupture de fibre) a lieu lorsque, et là où, le profil de contrainte de la matrice (resp. d'une fibre) devient supérieur ou égal à une contrainte à rupture de la matrice (resp. de cette fibre). Si plusieurs ruptures peuvent apparaître, le premier endommagement apparaît là où la surcontrainte est la plus élevée. Les profils de contrainte dans la matrice et dans les fibres sont dépendants de la charge globale appliquée et de l'état d'endommagement du composite. Ils sont déterminés selon les hypothèses décrites ci-dessous.

Zones endommagées

Au droit de chaque rupture de matrice (resp. de fibre), la contrainte matricielle (resp. de la fibre rompue) est nulle. Suivant l'hypothèse d'une contrainte de cisaillement interfacial constante τ , la contrainte dans la matrice σ_M (resp. dans la fibre rompue σ_F) augmente linéairement de part et d'autre de la fissure (resp. rupture de fibre) jusqu'à atteindre la contrainte initialement supportée loin de la rupture. La modélisation des fissures matricielles et ruptures de fibre est donc identique, au coefficient directeur de la droite le long de la décohésion interfaciale près. En effet, l'équilibre d'une tranche infinitésimale de longueur dx permet de déduire les contraintes dans une fibre ou dans la

matrice le long de l'interface (équation (III.19)) [Hut90, Kaf06].

$$\begin{cases} \left| \frac{d\sigma_M}{dx} \right| = \frac{2\tau f}{R_F(1-f)} \text{ et } \sigma_M(x_0) = 0, \text{ autour d'une fissure matricielle de position } x_0 \\ \left| \frac{d\sigma_F}{dx} \right| = \frac{2\tau}{R_F} \text{ et } \sigma_F(x_0) = 0, \text{ autour d'une rupture de fibre de position } x_0 \end{cases} \quad (\text{III.19})$$

Les longueurs nécessaires pour recouvrer la contrainte de la matrice (resp. la fibre) intacte définissent les *zones endommagées*. La contrainte le long d'une zone endommagée (également appelée longueur de décohesion) ne pouvant plus évoluer, aucune nouvelle fissure matricielle (resp. rupture de fibre) ne peut apparaître dans cette zone (effet d'*écran* [Cur91a, Hui96, Cas10]).

Si deux fissures, ou ruptures d'une même fibre, sont suffisamment proches, il peut y avoir chevauchement des zones d'endommagement. La contrainte matricielle (en cas de fissures) correspond alors à la valeur minimum des contraintes évaluées pour chacune des fissures supposées isolées.

Le saut de contrainte γ aux extrémités de la zone de décohesion (lié à l'énergie de décohesion interfaciale Γ_i à fournir pour propager dans l'interphase la décohesion liée à une fissure matricielle, voir §III.1.1.1 [Hut90]) peut être pris en compte (figure III.2). Le saut de contrainte γ pour la contrainte des fibres saines s'exprime en fonction de l'énergie de rupture en mode II de l'interface (équation (III.2)). Le saut de contrainte γ_M correspondant dans le profil de contrainte de la matrice en est déduit par la relation d'équilibre (équation (III.20)).

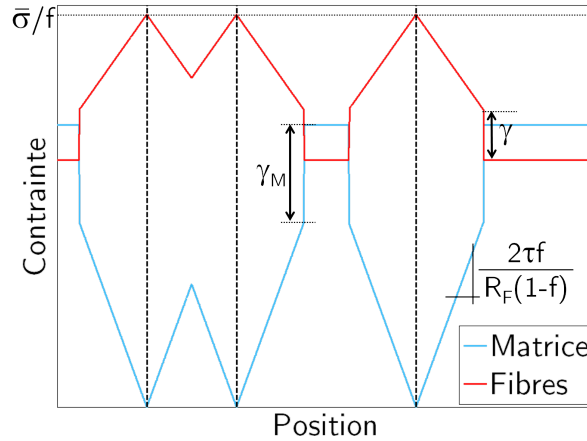


Figure III.2 – Exemple de profils de contrainte pour un composite soumis à la contrainte globale $\bar{\sigma}$ et comportant trois fissures matricielles.

$$\gamma_M = \frac{f\gamma}{1-f} \quad (\text{III.20})$$

Notons enfin que si, juste avant l'apparition de la fissure, la contrainte matricielle n'est pas suffisante ($\sigma_M \leq \gamma_M$), le profil ne sera pas modifié. Il n'y aura donc pas de zone endommagée avant que $\sigma_M = \gamma_M$.

Remarque Si la chronologie d'apparition des mécanismes d'endommagement était inversée, *i.e.* si les ruptures de fibre apparaissaient avant les fissures matricielles, il faudrait tenir compte du saut de contrainte γ dans le profil de contrainte des fibres rompues, et non plus dans celui de la matrice rompue.

Dans notre cas, l'interphase est supposée être déjà globalement rompue par les fissures matricielles à l'apparition des ruptures de fibre, qui n'impliquent donc pas d'énergie de décohésion interfaciale.

Transfert de charge

La contrainte perdue par la matrice dans la zone endommagée est intégralement reprise par l'ensemble des fibres *saines*, c'est-à-dire non endommagées. De la même manière, la contrainte perdue par une fibre dans une zone endommagée est intégralement reprise par l'ensemble des autres fibres *saines* (hypothèse de *partage de charge global*) et la matrice si elle est *saine*. Ainsi pour toute contrainte globale $\bar{\sigma}$, une fois les zones d'endommagement définies (leur définition pratique sera présentée par la suite) pour la matrice (X_{EM}) et pour chacune des N fibres (X_{EF}^j , défini pour toute fibre j endommagée), l'état de contrainte est déterminé en tout point x en exprimant l'équilibre de la section correspondante (équation (III.21)) :

$$\bar{\sigma} = \frac{f}{N} \left[N_I(x) \sigma_F^I(x) + \sum_{j \in F_E(x)} \sigma_F(j, x) \right] + (1 - f) \sigma_M(x) \quad (\text{III.21})$$

où :

- si $x \in X_{EF}^j$, $\sigma_F(j, x)$ est défini par l'équation (III.19)
- si $x \in X_{EM}$, $\sigma_M(x)$ est défini par l'équation (III.19)
- si $x \notin X_{EM}$, $\sigma_M(x)$ et $\sigma_F^I(x)$ sont liés par la relation suivante :

$$\epsilon(x) = \frac{\sigma_F^I(x)}{E_F} = \frac{\sigma_M(x)}{E_M} \quad (\text{III.22})$$

Où $F_E(x)$ désigne l'ensemble des fibres endommagées à l'abscisse x , N_I le nombre de fibres intactes (ou non endommagées) et σ_F^I la contrainte dans ces fibres.

Ce modèle de transfert de charge s'appuie donc sur l'hypothèse qu'au voisinage d'une fissure (rupture de fibre), le profil de contrainte dans la matrice fissurée (fibre rompue), est fixé par la relation (III.19). Les autres profils de contraintes sont déterminés ensuite :

- Si $x \in X_{EM}$, les profils de contraintes dans la matrice σ_M et dans les fibres endommagées $\sigma_F(j \in F_E)$ sont fixés et la contrainte dans les fibres intactes σ_F^I est évaluée par la relation (III.21) afin d'assurer l'équilibre.
- Si $x \notin X_{EM}$, seuls les profils de contrainte dans les fibres endommagées $\sigma_F(j \in F_E)$ sont connus et la répartition des contraintes entre matrice et fibres intactes fait intervenir la relation de compatibilité (III.22) et l'équation d'équilibre (III.21).

Les états de contrainte dans les fibres non endommagées, comme dans la matrice, sont donc sensibles à l'état d'endommagement de la matrice et des autres fibres dans la même section. Or, comme cela est présenté au paragraphe précédent, les limites des zones de décohésion autour des fissures matricielles (resp. ruptures de fibre) sont déterminées par rapport à l'état de contrainte de la matrice (resp. des fibres) saine(s). En d'autres termes, si une fissure matricielle apparaît dans le voisinage d'une rupture de fibre, elle entraîne une sur-contrainte matricielle locale. La longueur de décohésion associée à la fissure peut donc être plus grande que si la fibre rompue était intacte. Le raisonnement inverse s'applique pour les zones endommagées associées aux ruptures de fibre. Ces fluctuations sont

habituellement négligées dans les modèles existants (voir §III.1.1.3), permettant de déterminer facilement les longueurs de décohesion qui ne dépendent alors que des paramètres interfaciaux, de la charge appliquée et de l'état d'endommagement de la phase considérée seule. Ces hypothèses supposent aussi de négliger la contrainte matricielle à saturation de la fissuration. Un cadre spécifique a donc été établi afin de s'affranchir de ces hypothèses et déterminer les tailles des zones endommagées en cas de coexistence de fissures matricielles et de ruptures de fibre.

Ce cadre spécifique consiste à établir les profils de contrainte en tout x à effort et positions de fissures matricielles et ruptures de fibre fixés. On l'appellera par la suite *état de base*. Pour plus de clarté, sa description générale est illustrée par un exemple simple d'un composite¹ comportant une fissure matricielle (à la position X_{fiss}) et une fibre j_0 rompue (à la position X_{rupt}). Le raisonnement global est schématisé sur la figure III.3 et les profils de contrainte correspondant à l'exemple sont présentés sur la figure III.4.

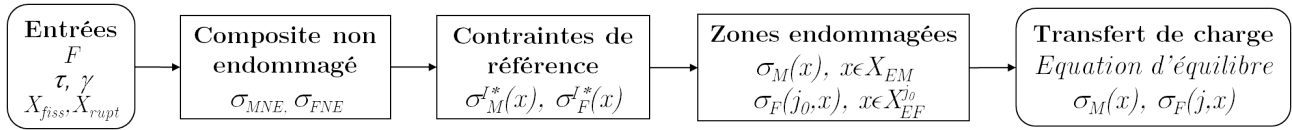


Figure III.3 – Représentation schématique du calcul de l'équilibre à F et positions de fissures et de ruptures de fibre données (*état de base*)

- Les contraintes dans la matrice et les fibres non endommagées (aucune fissure ni rupture de fibre n'est prise en compte) sont déterminées grâce à l'équilibre suivant :

$$\begin{cases} f\sigma_{FNE} + (1-f)\sigma_{MNE} = \bar{\sigma} \\ \epsilon = \frac{\sigma_{FNE}}{E_F} = \frac{\sigma_{MNE}}{E_M} \end{cases} \quad (\text{III.23})$$

- D'un côté, seules les fissures matricielles sont placées à leur position X_{fiss} en considérant que toutes les fibres sont saines (figure III.4a). Les zones d'endommagement X_{EM} de la matrice sont définies par rapport à la contrainte de référence σ_{MNE} , où chaque zone d'endommagement est la longueur nécessaire pour atteindre la contrainte de référence $\sigma_{MNE} - \gamma_M$. La contrainte σ_F^{I*} des fibres supposées intactes est ensuite déterminée en tout x par la relation (III.21).
- De l'autre côté, seules les ruptures de fibre sont placées à leur position X_{rupt} (sur chaque fibre rompue j_0) en considérant que la matrice est saine (figure III.4a). Les zones d'endommagement X_{EF} des fibres sont déterminées par rapport à la contrainte de référence σ_{FNE} , où chaque zone d'endommagement est la longueur nécessaire pour atteindre la contrainte de référence σ_{FNE} . La contrainte σ_M^{I*} de la matrice supposée intacte est ensuite déterminée en tout x par la relation (III.21).
- Tous les endommagements existants (fissures et ruptures de fibre) sont ensuite considérés. Les zones d'endommagement des fissures matricielles sont définies par longueur nécessaire pour atteindre la nouvelle contrainte matricielle de référence $\sigma_M^{I*} - \gamma_M$. De même, les zones d'endommagement des ruptures de fibre sont déterminées par rapport à la nouvelle contrainte de référence σ_F^{I*} (figure III.4b).

1. Si les sections sont cohérentes avec les minicomposites étudiés, le nombre de fibres a été fortement réduit (ou leur rayon fortement augmenté) pour rendre les transferts de charge plus visibles.

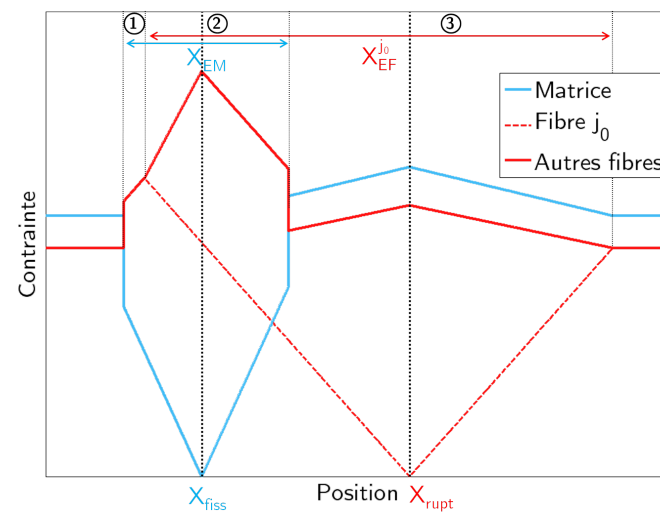
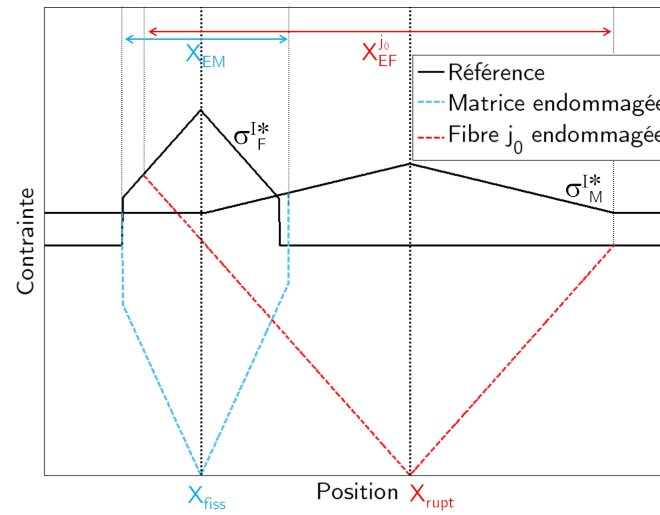
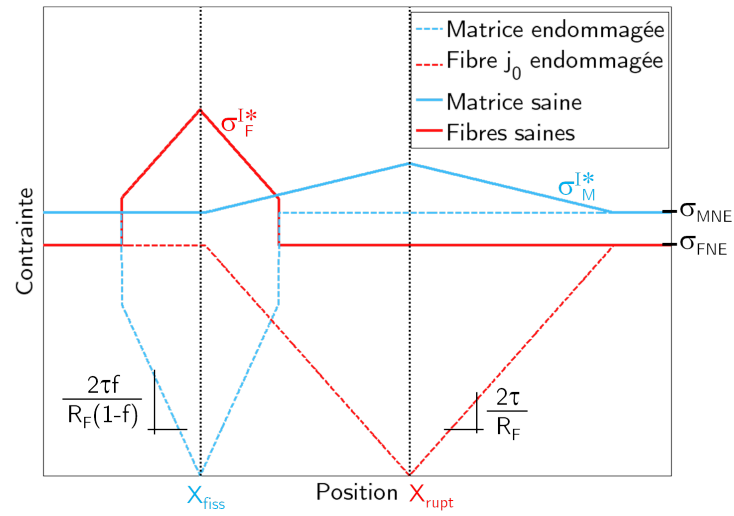


Figure III.4 – Exemple de détermination d'un *état de base* (état des contraintes pour un ensemble de fissures/ruptures de fibre donné)

- Les contraintes dans les zones intactes x_I des fibres ou de la matrice (qui reprennent la charge perdue par la matrice et/ou les fibres endommagées) sont finalement calculées en appliquant la relation (III.21) (figure III.4c). Seule la contrainte des fibres intactes σ_F^I doit être déterminée si la matrice est endommagée en x .

Dans l'exemple représenté sur la figure III.4, trois zones typiques apparaissent. Toutes les fibres reprennent la charge perdue par la matrice endommagée dans la zone 1. Le long de la zone 2, la matrice et une fibre sont endommagées, toutes les autres fibres intactes reprennent donc la charge perdue par la matrice et celle perdue par la fibre rompue. Enfin, la charge perdue par la fibre rompue en zone 3 est répartie sur les autres fibres saines et la matrice.

Les interactions entre fissures et ruptures de fibre sont donc prises en compte pour déterminer les zones de décohésion. Cependant, les interactions entre ruptures de fibres, dont l'effet devrait être minimisé par la présence d'un grand nombre de fibres, sont négligées. Cette approximation permet de plus d'obtenir un algorithme stable, ne nécessitant qu'une itération pour déterminer les états de contrainte à l'apparition d'une rupture matricielle ou de fibre.

Résumé

En synthèse, les principales hypothèses sur lesquelles repose le modèle 1D développé sont :

- Les contraintes thermiques résiduelles sont négligées ;
- Les distributions aléatoires des contraintes à rupture suivent une loi de Weibull (pour la matrice et les fibres) ;
- La section de matrice est intégralement fissurée ;
- L'état de contrainte des zones endommagées est caractérisé par une contrainte de cisaillement interfacial constante τ (pour les fissures et les ruptures de fibre) et un saut de contrainte γ lié à l'énergie de décohésion interfaciale pour les fissures matricielles ;
- Les contraintes sont redistribuées sur les fibres saines et/ou la matrice saine ;
- Les déformations des fibres saines et de la matrice saine sont identiques (correspondant à la déformation globale).

III.1.2.2 Mise en œuvre numérique

Le modèle unidirectionnel décrit a été programmé dans MATLAB® de deux manières différentes. La première évolue à incrément de force constant. Cependant, cette implémentation peut mener à des résultats erronés si la discrétisation en chargement n'est pas assez fine. Un second type de mise en œuvre (par dichotomie) permet de déterminer les pas de chargement à appliquer pour évoluer de rupture en rupture.

Détermination des zones endommagées

Comme cela a été présenté dans le paragraphe précédent, les zones d'endommagement engendrées par chaque fissure ou rupture de fibre sont délimitées par la contrainte de référence au voisinage de la rupture, qui n'est pas forcément constante. Il y a de plus intersection entre les zones d'endommagement voisines si elles sont suffisamment proches.

Dans la pratique, une variable spéciale (appelée σ_{Mdec} pour la matrice par exemple), contient la contrainte matricielle en considérant que les longueurs de décohésion associées à chaque fissure sont maximales. Le profil de contrainte associé à chaque fissure est défini par l'ensemble de droites suivant (X_{rupt} désignant l'ensemble des positions des fissures) :

$$d_i(x) = |x - x_i| \frac{2\tau f}{R_F(1-f)}, \quad \forall x_i \in X_{rupt} \quad (\text{III.24})$$

où σ_{Mdec} est alors défini comme le minimum de l'ensemble $d_i(x)$ de toutes les zones de décohésion i (figure III.5) :

$$\sigma_{Mdec}(x) = \min_{x,i} (d_i(x)) \quad (\text{III.25})$$

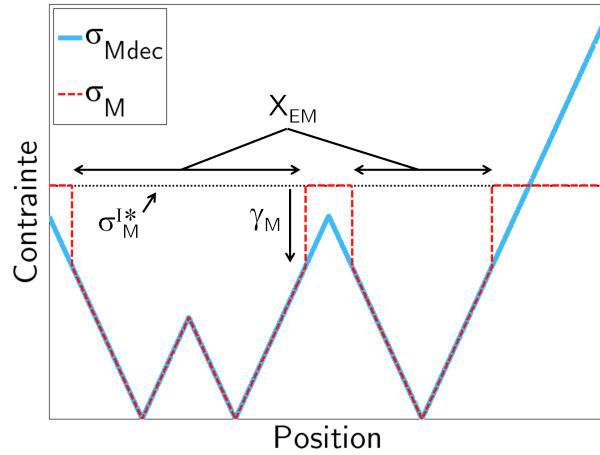


Figure III.5 – Détermination pratique des zones endommagées pour trois fissures (ici σ_M^{I*} est supposé constant)

L'ensemble des zones endommagées X_{EM} par rapport à la contrainte initiale de référence σ_M^{I*} , ainsi que la contrainte matricielle dans ces zones, sont donc directement définis par :

$$\begin{cases} X_{EM} = \{x, \sigma_{Mdec}(x) \leq \sigma_M^{I*} - \gamma_M\} \\ \sigma_M(x \in X_{EM}) = \sigma_{Mdec}(x \in X_{EM}) \end{cases} \quad (\text{III.26})$$

La détermination des zones endommagées X_{EF}^j pour chacune des fibres j est identique.

Incrément de charge constant

Le premier algorithme implémenté (décrit en figure III.6) permet de décrire l'évolution du comportement du minicomposite à intervalles de force constants ΔF . En plus des paramètres matériels (sections, modules élastiques, comportement de l'interface), les contraintes à rupture de la matrice et de chacune des fibres sont tirées aléatoirement suivant leur distribution de Weibull respectives. Pour chaque pas de chargement, les positions des fissures et ruptures de fibre, ainsi que les profils de contrainte, sont déterminés suivant trois grandes étapes :

- évaluation de l'état de base à partir des endommagements existants au palier précédent,
- détection d'une nouvelle rupture (de matrice ou de fibre),
- mise à jour des profils de contrainte en tenant compte du nouvel endommagement (détermination de la nouvelle zone endommagée et équilibre).

Les deux dernières étapes sont réitérées tant qu'un nouvel endommagement est détecté. Sinon, le chargement appliqué est incrémenté. A chaque mise à jour des profils de contrainte, le nombre de fibres intactes N_I , c'est à dire non-endommagées, est calculé pour tout x . Le critère de rupture ultime du composite est atteint si en un point x_0 , $N_I(x_0) = 0$, c'est-à-dire qu'aucune fibre ne peut plus reprendre de charge.

L'état de base décrit précédemment (figure III.3) permet de déterminer en tout x les profils de contrainte de la matrice $\sigma_M(x)$ et de chaque fibre j $\sigma_F(j, x)$ soumises à la contrainte moyenne $\bar{\sigma} = \frac{F}{S_M + S_F}$ à partir des positions des fissures matricielles X_{fiss} et des ruptures de fibre X_{rupt} détectées aux paliers précédents. Notons que si un état de base doit être recalculé à chaque incrément de charge, la variable σ_{Mdec} (équation (III.25)) peut être actualisée à chaque nouvelle rupture et réutilisée pour déterminer l'état de base suivant.

La détection de la prochaine rupture est ensuite effectuée en calculant les différences de contraintes $d\sigma_M$ et $d\sigma_F$ entre les profils initiaux et les contraintes à rupture de la matrice et de chaque fibre j .

$$\begin{cases} d\sigma_M(x) = \sigma_M(x) - \sigma_{RM}(x), \forall x \\ d\sigma_F(j, x) = \sigma_F(j, x) - \sigma_{RF}(j, x), \forall x, \forall j \in [1; N] \end{cases} \quad (\text{III.27})$$

En supposant que la rupture activée en premier survient à la position présentant la sur-contrainte la plus élevée [Ibn95], trois cas peuvent se présenter :

- Il existe une sur-contrainte dans la matrice et elle est supérieure à celles de toutes les fibres :

$$d\Sigma_M \geq 0 \text{ et } d\Sigma_M > d\Sigma_F, \text{ avec } d\Sigma_M = \max_x(d\sigma_M) \text{ et } d\Sigma_F = \max_{x,j}(d\sigma_F) \quad (\text{III.28})$$

La contrainte matricielle dans la zone endommagée $\sigma_M(x \in X_{EM})$ est ensuite mise à jour (ainsi que la liste des positions de fissures matricielles X_{fiss}) comme décrit au paragraphe précédent.

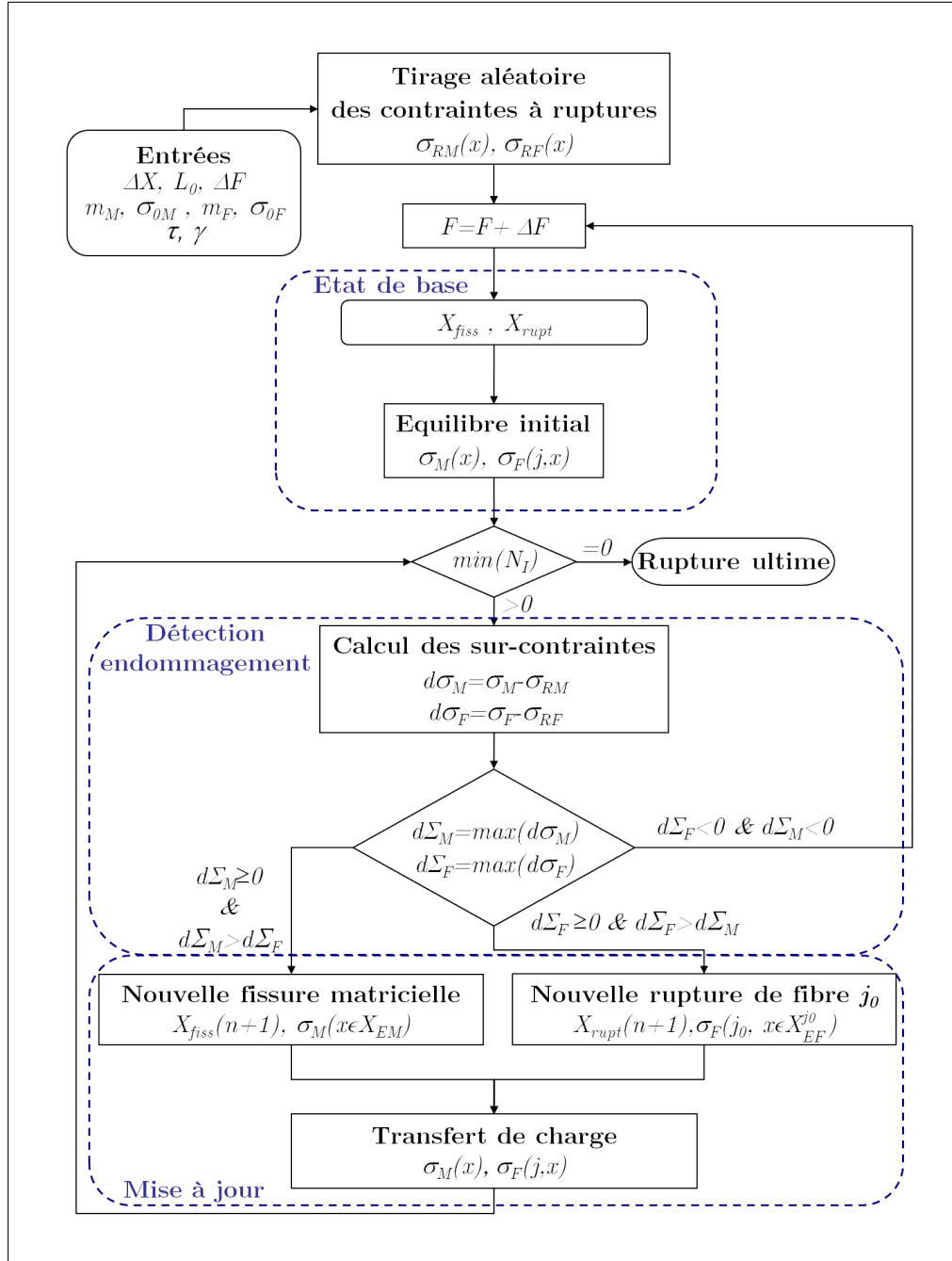


Figure III.6 – Schéma de l'algorithme complet simulant l'évolution de l'endommagement et des contraintes dans le minicomposite à pas de chargement constant (pour un tirage)

La relation d'équilibre (III.21) permet de calculer le transfert de charge aux fibres intactes dans la nouvelle zone endommagée (mise à jour globale du système, *i.e.* sur la longueur totale).

- Il existe une sur-contrainte dans les fibres et elle est supérieure à celles de la matrice :

$$d\Sigma_F \geq 0 \text{ et } d\Sigma_F > d\Sigma_M \quad (\text{III.29})$$

La contrainte de la fibre j_0 rompue dans la zone endommagée $\sigma_M(j_0, x \in X_{EF}^{j_0})$ est ensuite mise à jour (ainsi que la liste des ruptures des positions de rupture de fibre X_{rupt}). La relation d'équilibre (III.21) permet de calculer le transfert de charge aux fibres intactes et à la matrice si elle est intacte dans la nouvelle zone endommagée (mise à jour globale du système, *i.e.* sur la longueur totale).

- Aucune sur-contrainte n'est détectée :

$$d\Sigma_F < 0 \text{ et } d\Sigma_M < 0 \quad (\text{III.30})$$

Aucun endommagement ne peut plus apparaître à ce chargement là, la force appliquée est donc incrémentée de ΔF après avoir déterminé la déformation globale égale à la déformation moyenne des fibres intactes :

$$\bar{\epsilon} = \frac{1}{L_0} \sum_x \frac{\sigma_F^I(x)}{Ef} \Delta X \quad (\text{III.31})$$

Les ouvertures de chaque fissure u_i sont également déterminées à partir de la déformation matricielle et de celle des fibres intactes sur leur zone d'endommagement x_{EMi} :

$$u_i = \sum_{x \in x_{EMi}} \left(\frac{\sigma_F^I(x)}{E_F} - \frac{\sigma_M(x)}{E_M} \right) \Delta X \quad (\text{III.32})$$

L'ajout des fissures matricielles et des ruptures de fibre une à une permet de décrire exactement l'état d'endommagement sans effet de l'incrément de chargement, dans le cas où l'énergie de décohésion interfaciale est nulle ($\gamma = 0$). Dans le cas contraire, comme cela sera mis en évidence §III.1.2.3, des incréments de chargement trop élevés peuvent être responsables de l'omission de certaines fissures matricielles. Un algorithme décrivant l'évolution de l'endommagement de rupture en rupture (incrément de chargement variables) est donc proposé.

Dichotomie

Dans le cas simple où l'on néglige les interactions entre fissures matricielles et ruptures de fibre, la contrainte dans les zones saines de la matrice ou des fibres est constante (σ_{MNE} ou σ_{FNE} , équation (III.23)). Il suffit donc que cette contrainte soit égale à la plus faible contrainte à rupture en zones saines pour activer un endommagement.

Les interactions prises en compte ici, via le mécanisme de transfert de charge, rendent difficile la prévision analytique des contraintes en zone saine, qui n'est pas forcément constante. L'algorithme décrit figure III.7, utilisant les mêmes mécanismes de détection d'endommagement et de mise à jour de contrainte que l'algorithme à incrément de charge constant, permet de rechercher par dichotomie l'incrément de chargement exact pour déclencher la rupture suivante.

A chaque nouvel incrément de chargement, la contrainte macroscopique initialement appliquée $\bar{\sigma}_0$ correspond à la contrainte minimum pour atteindre la prochaine contrainte à rupture située dans l'ensemble des zones saines x_I , en supposant que la contrainte dans ces zones est constante et égale à σ_{MNE} et σ_{FNE} (matrice et fibres). Ceci revient à négliger les sur-contraintes associées aux différents transferts de charge. La contrainte initiale $\bar{\sigma}_0$ est donc la contrainte minimale à appliquer pour satisfaire au moins une de ces deux égalités :

$$\begin{cases} \sigma_{MNE} = \frac{E_M \bar{\sigma}}{\bar{E}} = \min [\sigma_{RM}(x_I)] \\ \sigma_{FNE} = \frac{E_F \bar{\sigma}}{\bar{E}} = \min [\sigma_{RF}(x_I)] \end{cases} \quad (\text{III.33})$$

L'état de base du composite soumis à la contrainte $\bar{\sigma}_0$ et comportant les endommagements issus des précédents paliers de chargement est ensuite déterminé. L'ensemble des nouvelles ruptures activables X_{end} correspond alors à l'ensemble des sur-contraintes générées par les nouveaux profils de contrainte :

- Si plusieurs fissures et/ou ruptures de fibre sont détectées, la contrainte macroscopique est trop importante et doit donc être réduite. La nouvelle contrainte macroscopique $\bar{\sigma}_{k+1}$ est calculée à partir des deux contraintes précédemment testées :

$$\bar{\sigma}_{k+1} = \bar{\sigma}_k - \delta_k, \text{ où } \delta_k = \frac{|\bar{\sigma}_k - \bar{\sigma}_{k-1}|}{2} \quad (\text{III.34})$$

- Si aucune fissure ni rupture de fibre n'est détectée, la contrainte macroscopique est trop faible et doit donc être augmentée :

$$\bar{\sigma}_{k+1} = \bar{\sigma}_k + \delta_k, \text{ où } \delta_k = \frac{|\bar{\sigma}_k - \bar{\sigma}_{k-1}|}{2} \quad (\text{III.35})$$

- Si une seule fissure ou une seule rupture de fibre est détectée, la contrainte macroscopique de l'incrément de charge étudié est conservée. Les profils de contrainte sont alors mis à jour en tenant compte de ce nouvel endommagement. La recherche itérative du prochain endommagement, telle qu'elle est mise en œuvre dans l'algorithme à incrément de charge fixé, est effectuée avant le palier suivant.

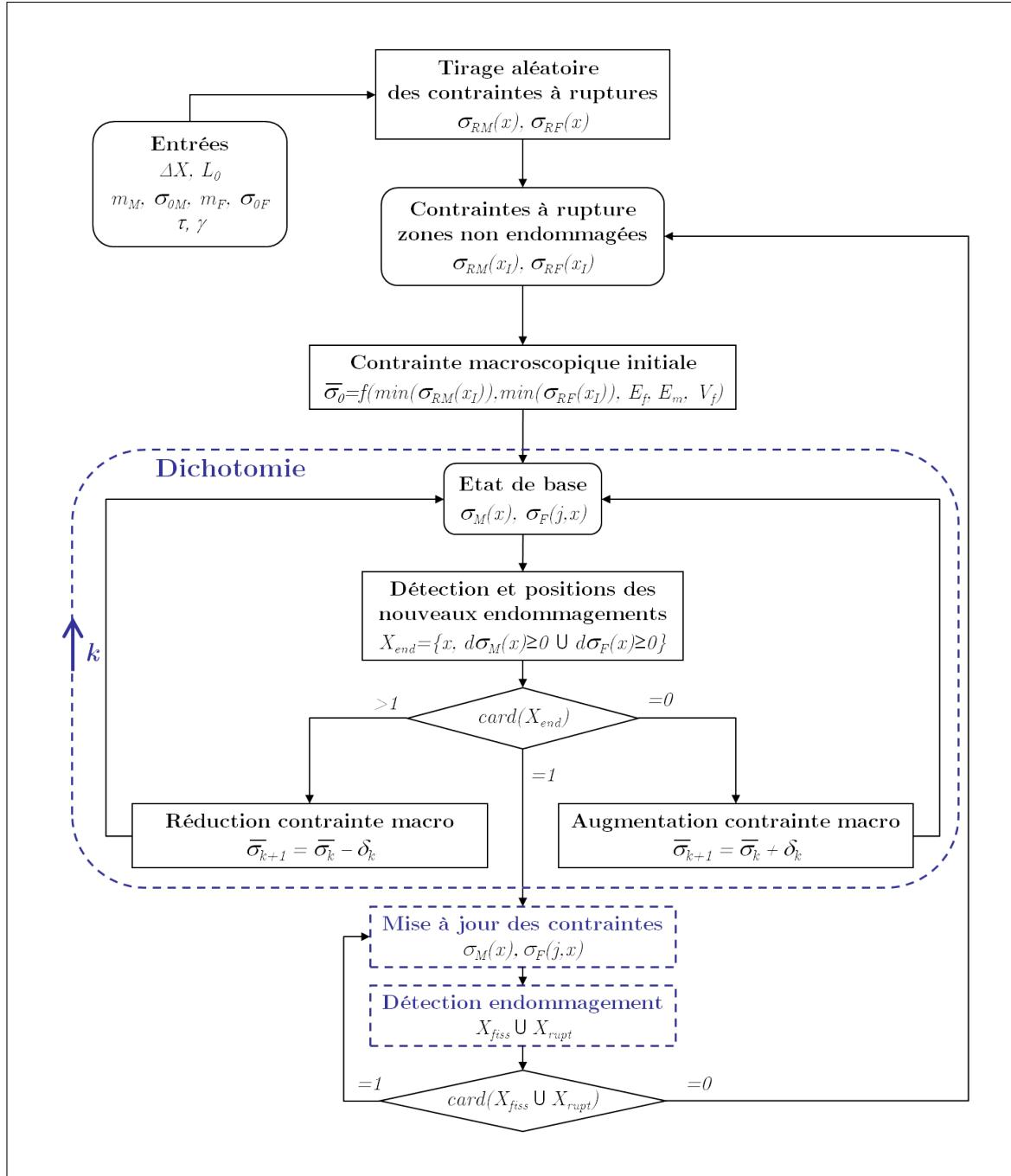


Figure III.7 – Schéma de l'algorithme complet simulant l'évolution de l'endommagement et des contraintes dans le minicomposite de rupture en rupture (pour un tirage). Les étapes de mise à jour des contraintes et de test d'apparition d'endommagement non détaillées ici sont identiques à celles décrites figure III.6

III.1.2.3 Considérations numériques

Avant d'identifier et d'exploiter le modèle, ce dernier est validé d'un point de vue purement numérique en le comparant à des modèles existants simulant la fissuration matricielle ou la rupture ultime du composite (ruptures de fibre). Les effets de la discrétisation, en chargement ou en espace, sont également discutés.

Validation des implémentations

Les deux mises en œuvre du modèle proposées, par incrément de charge constant ou par dichotomie, sont validées en dissociant les deux phénomènes d'endommagement (fissuration matricielle et ruptures de fibre). Le modèle est comparé en deux temps :

- à un modèle numérique de fissuration matricielle, également fondé sur une approche de contraintes à ruptures aléatoire et validé par rapport aux autres approches par CASTELIER et al. [Cas10]. Le modèle évolue de fissure en fissure et la rupture des fibres n'est pas envisagée.
- au modèle analytique de rupture des fibres proposé par CURTIN et al. [Cur98] (voir détail §III.1.1.3). Si les auteurs proposent un modèle complet, nous n'utiliserons que la deuxième partie concernant le comportement du composite après saturation de la fissuration matricielle, qui donne une estimation de la déformation additionnelle due aux ruptures de fibres en fonction du pas de fissuration à saturation. Le pas de fissuration à saturation utilisé est issu de la première partie de la modélisation.

La comparaison est effectuée pour un jeu de paramètres (tableau III.1) et un tirage des contraintes à rupture de la matrice et des fibres, dans le cas particulier où γ est nul. Les données du matériau et les paramètres élastiques sont ceux qui seront utilisés pour modéliser la série de minicomposites étudiée. Les paramètres interfaciaux et les paramètres de Weibull de la matrice sont repris du modèle de référence pour la fissuration matricielle [Cas10]. Une distribution de Weibull arbitraire a été choisie pour les fibres, de façon que les premières ruptures apparaissent après la saturation de la fissuration matricielle.

Paramètre	Matrice		Fibres	
Fraction volumique	f_M	0.34	$f_F = f$	0.66
Section totale [mm ²]	S_M	0.033	S_F	0.064
Nombre	-	-	N	500
Rayon [μm]	-	-	R_F	6.4
Module de Young [GPa]	E_M	404	E_F	354
Contrainte de cisaillement interfacial [MPa]	τ	5	τ	5
Saut de contrainte [MPa]	γ	0	-	-
Module de Weibull	m_M	4.9	m_F	6
Paramètre d'échelle [MPa] ($V_0=1 \text{ mm}^3$)	σ_{0M}	206	σ_{0F}	1200

Tableau III.1 – Paramètres utilisés pour la validation de l'implémentation du modèle

Le comportement macroscopique obtenu pour un tirage sur une longueur¹ de 25 mm discrétisée avec un pas ΔX de 5 μm est présenté sur la figure III.8a. En ce qui concerne la fissuration matricielle

1. Compte-tenu de la valeur de τ , cette longueur est suffisante pour négliger d'éventuels effets de bords. Cet aspect sera abordé §III.3.2.

(début de la courbe force/déformation), il y a parfaite correspondance avec le modèle de référence. Comme le montre la figure III.8c, les différents modèles détectent exactement les mêmes fissures. La correspondance entre modèle à incrément de charge constant, quel que soit ΔF , et par dichotomie est également illustrée, dans le cas particulier où γ est nul.

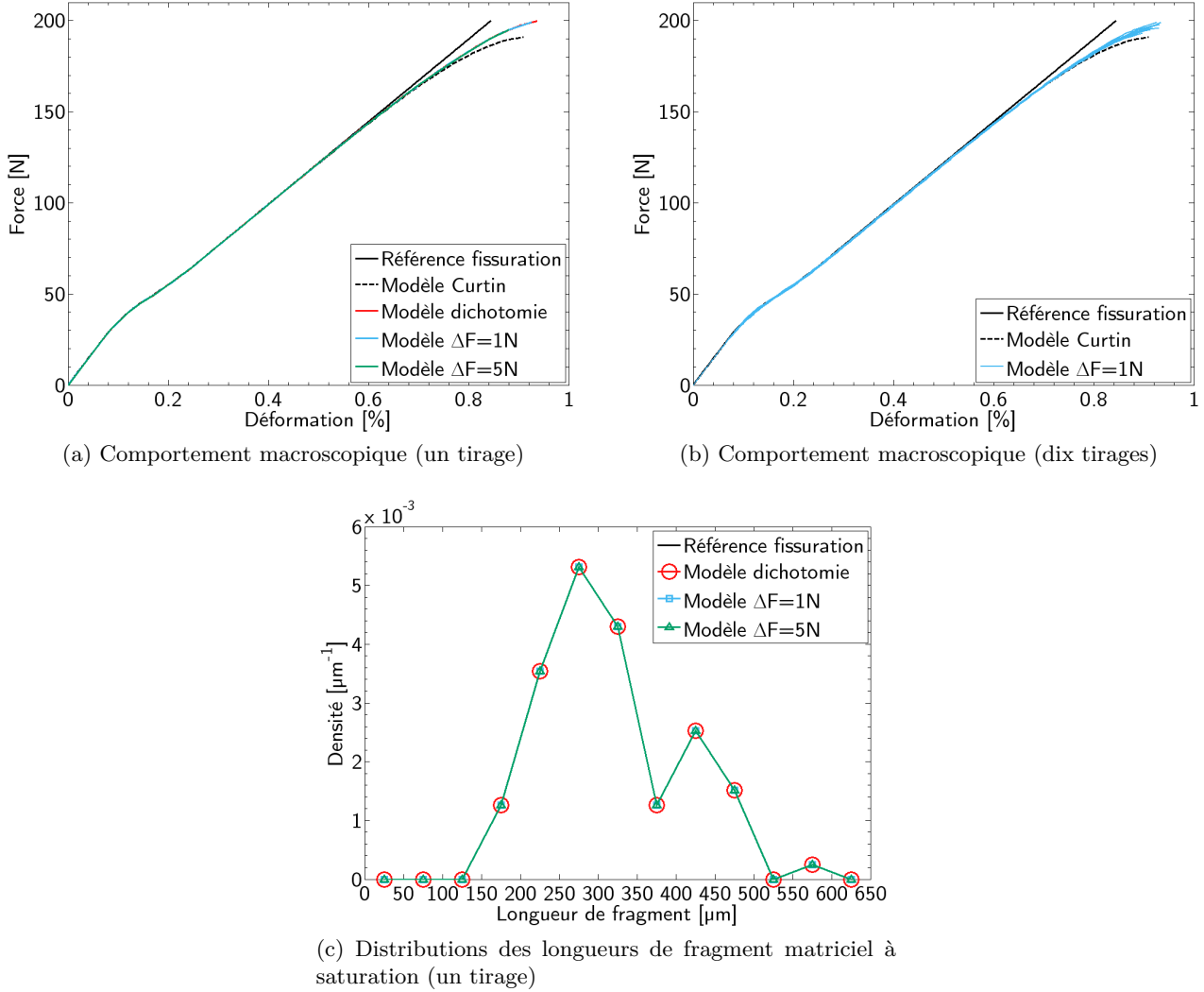


Figure III.8 – Comparaison des modèles pour $\gamma=0$ et $L_0=25$ mm (Certaines courbes ne sont pas visibles car la superposition est parfaite)

En ce qui concerne les ruptures de fibre, notons avant tout que la faible dispersion d'un tirage à l'autre (figure III.8b) permet de comparer les deux implémentations numériques, statistiquement dépendantes du tirage effectué, au modèle analytique et continu de CURTIN et al. [Cur98]. Nous constatons alors que la zone de non-linéarité est également bien décrite. Le modèle de CURTIN conduit néanmoins un effort à rupture ultime légèrement plus faible. Cette différence provient de la prise en compte de la contrainte dans la matrice après saturation, qui est supposée négligeable par CURTIN¹. Le pas de discrétisation ΔF n'a quant à lui qu'une influence sur la précision de la prévision de la force à rupture du composite.

1. En effet, la contrainte à rupture déterminée par le modèle par dichotomie correspond à $\sigma_R = \sigma_{Rc} + (1 - f)\sigma_M$, où σ_{Rc} est la contrainte à rupture déterminée par le modèle de CURTIN et σ_M la contrainte moyenne dans la matrice à rupture dans le modèle par dichotomie.

Effet de la discrétisation en chargement

Comme cela a été montré précédemment l'introduction des fissures et ruptures de fibre une à une permet de détecter *toutes* les ruptures apparues entre chaque incrément de charge (correspondance avec le modèle par dichotomie), lorsque que *l'énergie de décohésion interfaciale est supposée nulle*. Si un saut de contrainte est pris en compte dans le profil de contrainte aux extrémités des zones de décohésion autour d'une fissuration matricielle, des pas de chargement trop élevés peuvent écarter certaines fissures (voir figure III.9) qui seraient détectées avec des pas de chargement plus faibles, ou en utilisant le modèle par dichotomie.

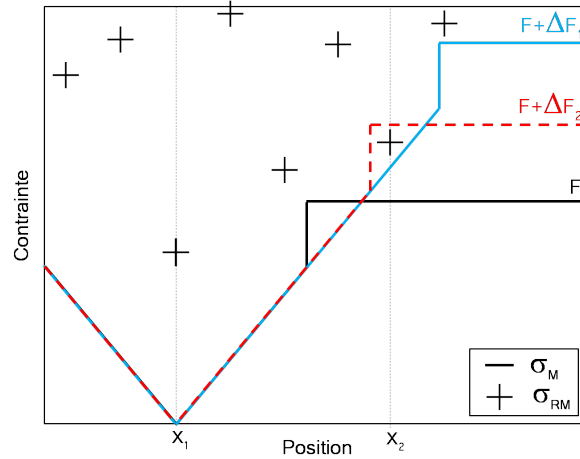
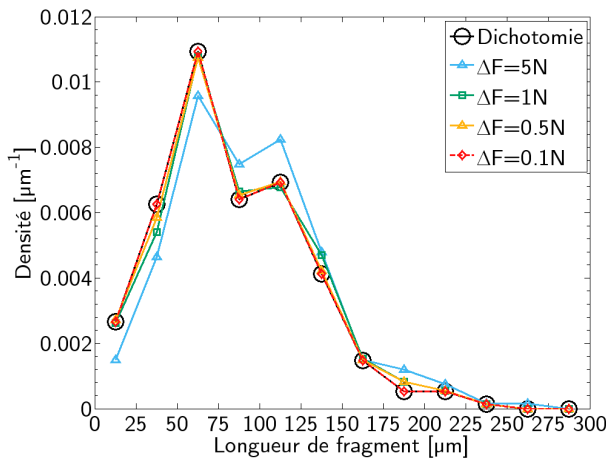
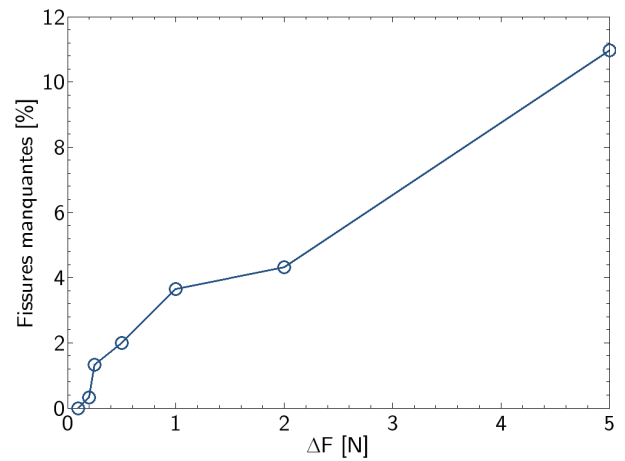


Figure III.9 – Exemple de profils de contrainte matricielle avec deux pas de chargement distincts : la fissure en X_2 est détectée pour le pas ΔF_2 mais ne l'est pas pour le pas ΔF_1



(a) Histogrammes de longueurs de fragment à saturation



(b) Proportion de fissures manquantes à saturation par rapport au modèle par dichotomie

Figure III.10 – Effet du pas de chargement sur la fissuration ($\gamma = 300$ MPa, un tirage $L_0=25$ mm)

Cet effet de la discrétisation en chargement est illustré sur la figure III.10, où les paramètres sont identiques à ceux utilisés pour valider les implémentations (tableau III.1), au saut de contrainte γ près qui vaut cette fois 300 MPa. L'augmentation de l'incrément de charge ΔF est alors à l'origine d'un écart des histogrammes de longueurs de fragment par rapport au modèle exact par dichotomie. La

proportion de fissures non détectées augmente effectivement avec le pas de chargement. Pour ce jeu de paramètre, cette proportion reste cependant très faible, voire négligeable pour des pas inférieurs à 1N. L'impact quasi-imperceptible sur le comportement macroscopique n'est pas représenté ici.

L'implémentation par incrément de charge peut donc être à l'origine d'imprécisions sur la détection des fissures matricielles si $\gamma \neq 0$. Elle est cependant beaucoup moins lourde, pour des incréments de l'ordre du Newton, à mettre en œuvre que le modèle par dichotomie. C'est donc cette implémentation qui sera utilisée par la suite. Il sera cependant vérifié, après identification des paramètres, que l'incrément de chargement est suffisamment faible pour que les imprécisions engendrées soient négligeables.

Effet de la discrétisation spatiale

La figure III.11 illustre pour finir les effets de la discrétisation spatiale sur le comportement macroscopique et le pas de fissuration matricielle à saturation. Si le pas de discrétisation est du même ordre de grandeur que le pas de fissuration attendu, les fragments matriciels ne sont pas suffisamment échantillonnés pour prévoir une évolution de l'endommagement correct.

Pour les jeux de paramètres de Weibull utilisés ici, les ruptures de fibre apparaissant à des niveaux de contrainte globalement plus importants que les fissures matricielles, les longueurs de décohésions sont également plus importantes. Les effets de la discrétisation spatiale toucheront donc en premier lieu la fissuration matricielle.

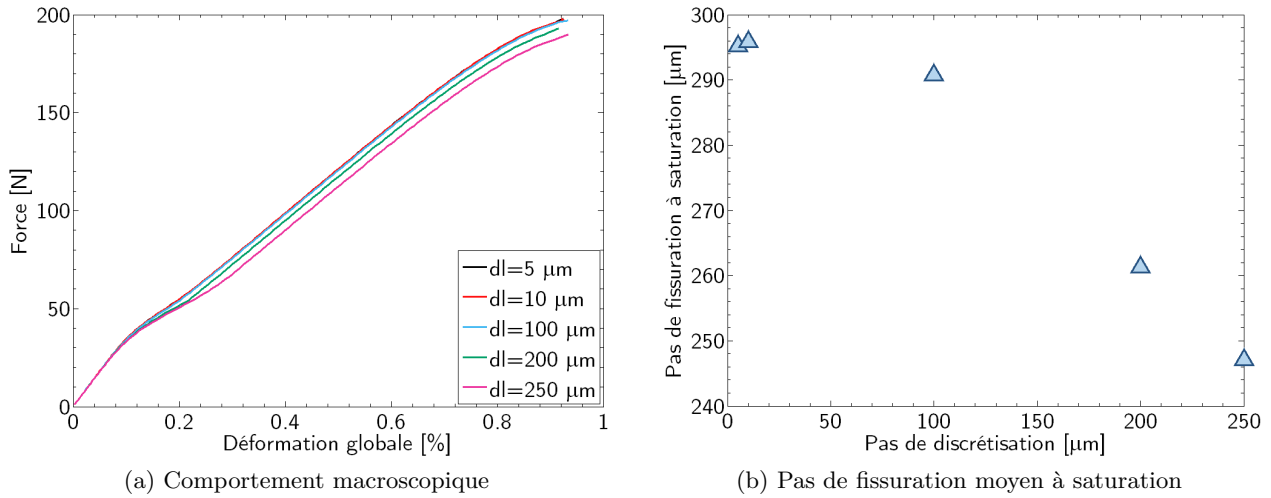


Figure III.11 – Effets de la discrétisation spatiale (moyenne de dix tirages, $L_0=25$ mm)

Afin d'éviter les effets d'un sous-échantillonnage des fragments matriciels, le pas de discrétisation spatial ΔX est fixé à environ un cinquième de la longueur du plus petit fragment matriciel attendu, soit environ 10 μm, compte-tenu des résultats expérimentaux.

III.2 IDENTIFICATION : FISSURATION MATRICIELLE

La première partie de ce chapitre a permis de poser les bases de fonctionnement du modèle utilisé. L'objectif des deux parties suivantes est d'identifier, si c'est possible, des paramètres de comportement interfacial qui permettent, à partir des distributions de contraintes à rupture de la matrice et des fibres, de prévoir un comportement macroscopique *et* une réponse microscopique en accord avec les observations expérimentales. Ces observations montrent que la majorité des fissures apparaît avant que les fibres ne commencent à rompre. L'identification du modèle est donc effectuée en deux étapes : les paramètres de la fissuration matricielle sont déterminés sans tenir compte des ruptures de fibre, puis les paramètres concernant les ruptures de fibre sont étudiés.

Cette partie présente la démarche suivie pour déterminer les paramètres liés à la fissuration matricielle et montre que la prise en compte d'une énergie de décohésion interfaciale non nulle permet d'améliorer la réponse macroscopique tout en prévoyant des ouvertures de fissure correctes.

III.2.1 Paramètres initiaux

Nous détaillons ici les valeurs utilisées pour les paramètres d'entrée du modèle relatifs à la fissuration matricielle. S'il existent des analyses expérimentales suffisantes pour fixer les paramètres élastiques et géométriques ainsi que la distribution de contraintes à rupture de la matrice, les incertitudes concernant les paramètres interfaciaux sont trop importantes.

III.2.1.1 Paramètres géométriques et élastiques

Durant toute l'étude du modèle, les paramètres géométriques et élastiques sont égaux aux mesures moyennes effectuées lors de la caractérisation microstructurale de la série de minicomposite étudiée (tableau II.1). Le rayon des fibres est supposé constant et déterminé à partir de la section totale et du nombre de fibres :

$$R_F = \sqrt{\frac{S_F}{N\pi}} \quad (\text{III.36})$$

Les modules de Young de la matrice et des fibres sont identiques à ceux utilisés lors de la modélisation du comportement élastique (chapitre I tableau I.3). L'ensemble de ces paramètres sont rappelés tableau III.1.

Le modèle complet est simulé pour l'ensemble de cette identification sur des longueurs de 25 mm (identiques aux longueurs sollicitées expérimentalement), suffisantes pour obtenir une faible dispersion d'un essai à l'autre et donc une convergence rapide du comportement moyen. Un pas d'échantillonnage ΔX de 5 μm permet de s'affranchir de tout artefact lié à la discrétisation spatiale, en conservant une vitesse de calcul élevée. Le modèle par incrément de charge constant est utilisé avec $\Delta F=1$ N.

III.2.1.2 Distribution des contraintes à rupture

Plusieurs mesures des paramètres de Weibull de la matrice SiC-CVI ou CVD peuvent être recensés dans la littérature. Les mesures peuvent être issues d'essais mécaniques sur SiC monolithique [Coc02], microcomposite (ne contenant qu'une fibre) [Mic07] ou minicomposite [Leb96, Nas99].

Dans le cas des minicomposites, les distributions de contraintes à rupture sont déterminées grâce à l'observation des fissures matricielles, dont les paliers d'apparition peuvent permettre d'estimer la contrainte à rupture des fragments matriciels (et donc d'un volume donné de matrice). L'ensemble des incertitudes sur les positions de fissures le long des minicomposites (voir chapitre II §II.3.2.4), sur le volume matriciel sollicité ainsi que sur les contraintes d'apparition des fissures (propagation au sein de la section) laissent supposer des imprécisions sur les distributions ainsi identifiées. De plus, les essais sur SiC monolithique ne permettent pas d'obtenir des données sur le SiC sous sa forme finale tel qu'il est dans le composite. Nous préférons donc utiliser les résultats obtenus par MICHAUX et al. [Mic07] qui étudient des microcomposites à matrice dominante (volume de matrice plus important que celui de la fibre et liaison interfaciale forte). Ces microcomposites rompent totalement dès la première fissure matricielle, la mesure des contraintes à rupture est plus facile. Les conditions de dépôt de la matrice sont similaires aux minicomposites étudiés ici.

Nous retiendrons donc les paramètres de Weibull suivants pour la matrice : $\sigma_{0M}=278$ MPa ($V_0=1$ mm³) et $m_M=4,6$.

Afin de ne déclencher aucune rupture de fibre, l'ensemble des contraintes à rupture des fibres est fixé dans cette partie à une valeur infiniment grande.

III.2.1.3 Paramètres interfaciaux

Le comportement de l'interface est caractérisé par deux paramètres principaux, la contrainte de cisaillement interfacial τ et l'énergie de décohésion interfaciale Γ_i (à travers le saut de contrainte γ). Il existe des modèles pour estimer ces paramètres à partir d'essais de traction cyclés [Mar85, Bey92, Eva94a, Vag95, Lam95], en exploitant notamment la largeur des cycles d'hystérésis, les déformations résiduelles et les pas de fissuration.

Le modèle de LAMON et al. [Lam95] est établi pour un microcomposite et permet de déterminer τ en fonction de la largeur d'un cycle d'hystérésis à saturation, du pas de fissuration et des coefficients élastiques E et ν . Ce modèle a été utilisé pour caractériser diverses interfaces dans des minicomposites à fibres SiC de première et deuxième génération [Lis97a, Ber99, Nas99]. Il s'agit dans ce cas là de *paramètres apparents*. Plus récemment, ce modèle est utilisé pour caractériser des minicomposites similaires au lot étudié ici [Sau10] (fibres Hi-Nicalon S). La contrainte de cisaillement interfacial est estimée dans notre cas à 6 MPa.

Aucune étude n'a été relevée en ce qui concerne l'énergie de décohésion interfaciale pour ce type de fibre et d'interphase. Ce type de matériau est généralement classé dans la catégorie des composites à faible énergie de décohésion interfaciale (Small Dedond Energy, SDE [Vag95]), qui est évaluée entre 0 et 5 J/m² [Dom95, Eva94b]. Il faut de plus être prudent avec ces estimations qui présentent une incertitude assez élevée (de l'ordre de 20% pour τ [Lam95], elles sont encore plus élevées pour Γ_i).

Il est également possible d'accéder expérimentalement aux caractéristiques interfaciales par l'intermédiaire d'essais d'indentation des fibres sur des sections polies de composite (essais de push-in ou de push-out) [Mar84, Mar87, Cha01, Jou08]. Ces essais peuvent être analysés avec une représentation plus fine de l'interface fibre/matrice grâce à différents modèles analytiques linéaires ou non-linéaires [Mar87, She88, Ker91, Hsu92, Reb98] ou numériques [Piq92, Cha95]. De telles études sont en cours au CEA sur des minicomposites à fibres de troisième génération [Bue10]. Des essais de push-out sur des fibres Hi-Nicalon S avec une interphase PyC de 150 nm ont permis d'estimer une contrainte de cisaillement interfacial τ à 15 MPa. L'énergie de décohésion interfaciale pourrait être évaluée grâce à des essais de push-in [Mar87], dont le développement est en cours au CEA. Notons enfin que ces essais permettent d'accéder plus directement au comportement interfacial, mais ils impliquent plus de

difficultés expérimentales.

Pour conclure, si les techniques de mesures de propriétés interfaciales donnent de bons résultats pour comparer et optimiser différents types d'interfaces (effets de l'épaisseur d'interphase ou de la rugosité des fibres par exemple), les incertitudes sont trop grandes pour considérer ces données comme connues. Il est convenu maintenant qu'il est quasiment impossible de définir une unique valeur de τ avec les différentes techniques expérimentales, la meilleure valeur de τ étant finalement celle qui permettra de reproduire au mieux le comportement du composite [Par97]. De fait, la contrainte de cisaillement interfacial est souvent identifiée [Lis97a], et l'énergie de décohésion interfaciale négligée [Cur98].

La démarche d'identification de ces paramètres sera donc effectuée en deux étapes, en considérant dans un premier temps que Γ_i , et donc γ , est nul. L'identification est réalisée en comparant les résultats numériques aux résultats expérimentaux d'un point de vue macroscopique (courbe contrainte/déformation) et d'un point de vue microscopique (longueurs de fragments matriciels et ouvertures de fissure).

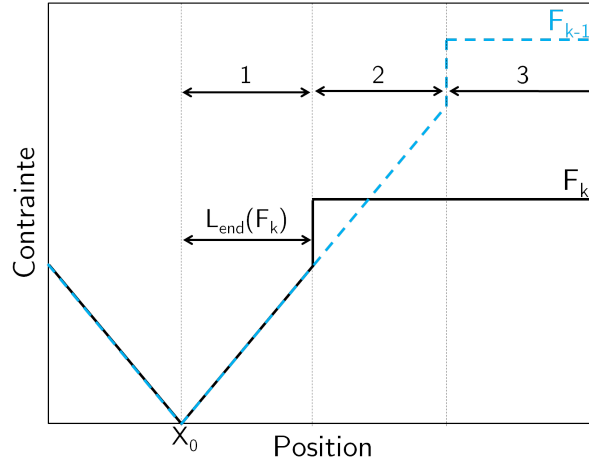
III.2.2 Cas classique : énergie de décohésion interfaciale nulle

III.2.2.1 Effets de la contrainte de cisaillement interfacial à positions et paliers d'apparition des fissures fixés

L'essai 4 de traction in-situ sous MEB, présenté §II.3.2 a permis de mesurer les ouvertures de toutes les fissures apparues dans la zone d'observation d'une longueur d'environ 16 mm, en plus de leur position et leur niveau de charge d'apparition. La modélisation de cet essai en imposant les positions des fissures et leur palier d'apparition permet d'étudier les effets des paramètres interfaciaux sur le comportement macroscopique et sur les ouvertures de fissure en s'affranchissant des effets de la distribution des contraintes à rupture.

Il a été montré précédemment que les paramètres interfaciaux influent sur la position des fissures, puisque par construction du modèle, aucune fissure ne peut apparaître dans la zone de décohésion d'une autre fissure. Les positions, fixes, des fissures de l'essai étudié peuvent donc ne pas être cohérentes avec les paramètres interfaciaux. Un critère de validité de la position de chaque fissure est donc utilisé. Les ruptures de fibre n'étant pas prises en compte ici, la longueur endommagée maximale associée à toute fissure et à un chargement donné peut être facilement déterminée par la relation suivante (voir figure III.12) :

$$L_{end}(\bar{\sigma}) = \frac{R_F}{2\tau} \left[\frac{(1-f) E_M \bar{\sigma}}{f \bar{E}} - \gamma \right] \quad (\text{III.37})$$

Figure III.12 – Zones de validités de la position de fissure X_i

Ainsi, à l'apparition de chaque fissure à la position X_i et au chargement F_k (fissure absente au chargement précédent F_{k-1}), trois cas (numérotés figure III.12) sont considérés en fonction de la distance à sa plus proche voisine positionnée en X_0 :

1. La nouvelle fissure se situe dans la zone endommagée de sa voisine au chargement précédent, *i.e.* $|X_i - X_0| \leq L_{end}(F_{k-1})$, sa position est *non valide*.
2. La nouvelle fissure se situe dans la zone endommagée de sa voisine au chargement étudié, mais hors de la zone endommagée au chargement précédent, *i.e.* $L_{end}(F_{k-1}) < |X_i - X_0| < L_{end}(F_k)$, sa position est *possible* (si la fissure considérée est apparue entre les deux paliers d'observation).
3. La nouvelle fissure se situe hors de la zone endommagée de sa voisine au chargement étudié, *i.e.* $|X_i - X_0| > L_{end}(F_k)$, sa position est *valide*.

La figure III.13a présente la réponse macroscopique du minicomposite ($L_0=16$ mm) contenant exactement les mêmes fissures que l'essai MEB 4, pour des valeurs de contrainte de cisaillement interfacial différentes. Une valeur de τ trop faible conduit à un comportement trop souple, alors qu'une valeur trop élevée conduit à un comportement trop rigide (non-linéarité très peu marquée). Par contre, si l'on s'intéresse aux ouvertures de fissure correspondantes (qui sont comparées aux ouvertures des mêmes fissures mesurées expérimentalement en figures III.13b à III.13d), il est nécessaire d'avoir une valeur de τ faible (2,5 MPa) pour obtenir l'intervalle d'ouvertures désiré à 80 N. Cependant, en plus du comportement macroscopique non satisfaisant, les ouvertures aux plus faibles chargements sont trop importantes et la majorité des fissures sont mal positionnées (il y en a donc trop par rapport aux longueurs des zones endommagées). Seule l'augmentation de la contrainte de cisaillement interfacial permet d'obtenir des positions valides, mais en entraînant une trop forte diminution des ouvertures (et de leur dispersion) ainsi qu'en rigidifiant le comportement macroscopique.

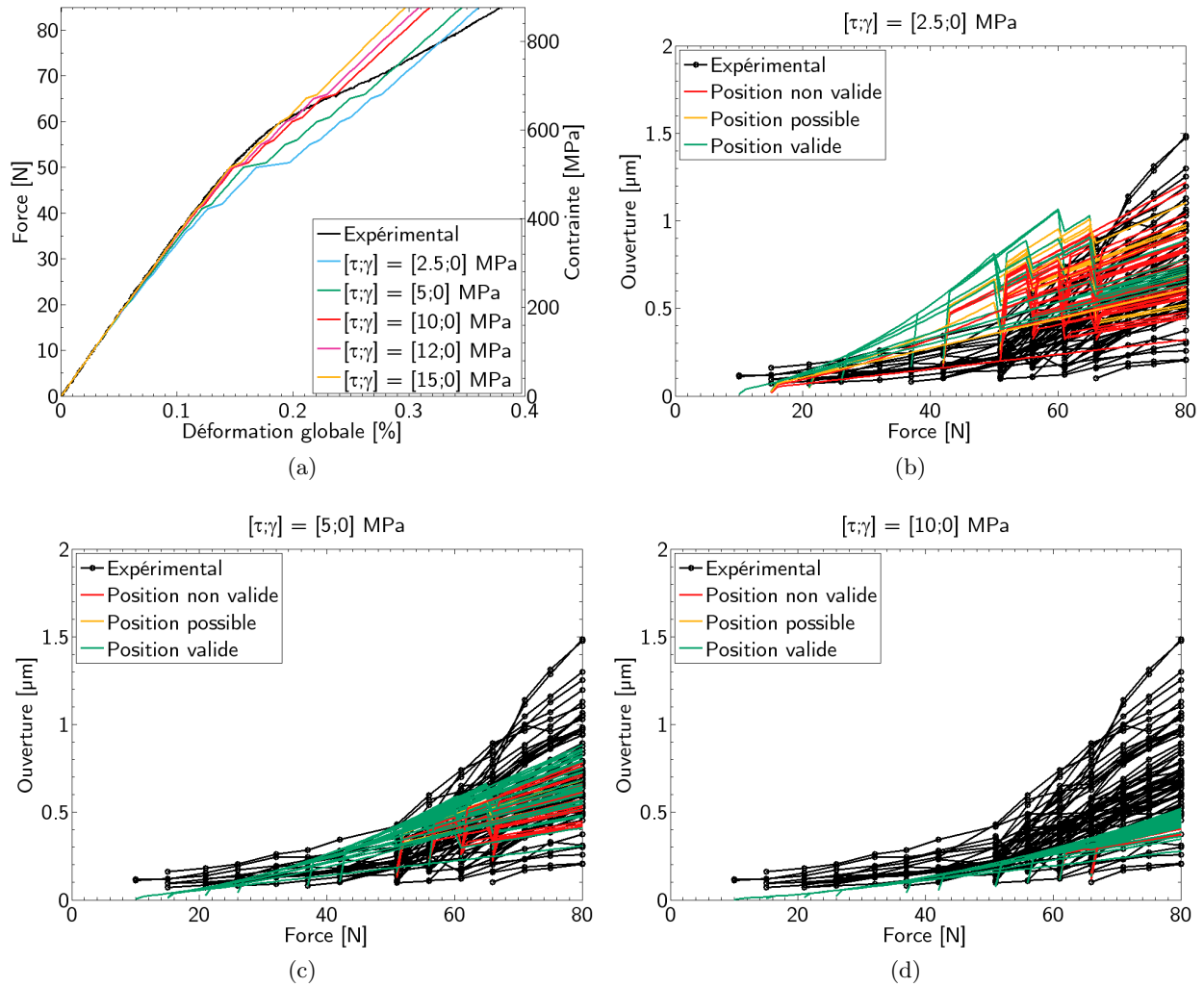
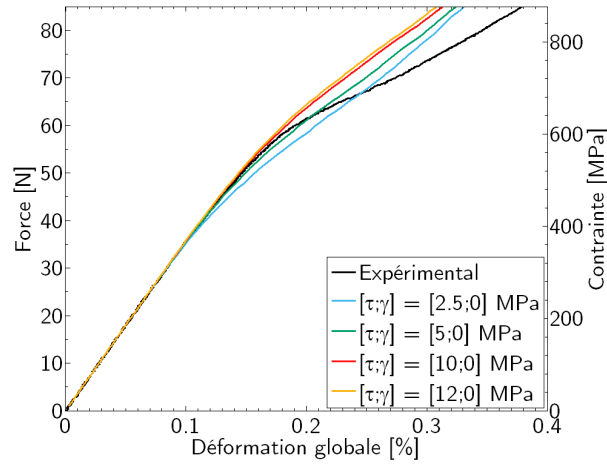


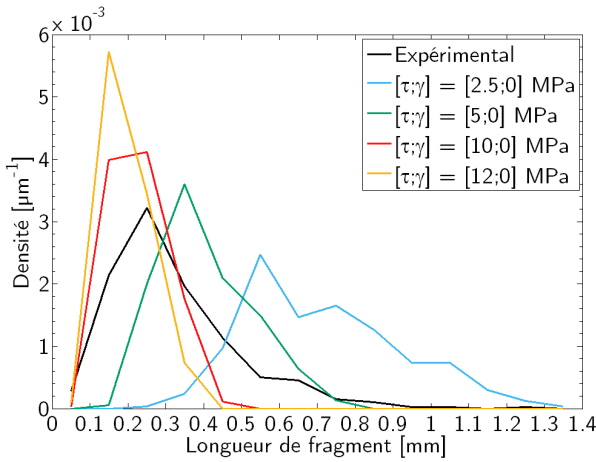
Figure III.13 – Effet de τ sur le comportement macroscopique (a) et sur les ouvertures des fissures à position fixée (b-c-d)

III.2.2.2 Effets de la contrainte de cisaillement interfacial avec apparition aléatoire des fissures

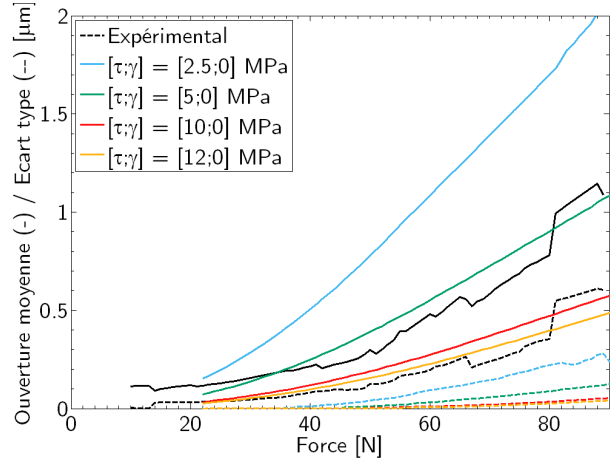
Le modèle “complet” est ensuite appliqué en tirant aléatoirement les contraintes à rupture de la matrice suivant la distribution de Weibull définie §III.2.1.2. Le comportement moyen de dix tirages d'une longueur de 25 mm est présenté en figure III.14a. Les données microscopiques (histogrammes de longueurs de fragment matriciel et ouvertures de fissures) sont comparés à l'ensemble des données récoltées expérimentalement sur les figures III.14b et III.14c. La conclusion est identique à celle formulée suite à l'essai à positions fixées. Une valeur de τ de 5 MPa donne le meilleur résultat macroscopique. Cependant, les longueurs de fragment matriciel sont légèrement trop grandes et, surtout, malgré une bonne valeur moyenne, la dispersion des ouvertures de fissure est trop faible. Soulignons de plus que la description de la zone non-linéaire de la courbe contrainte/déformation n'est pas complète.



(a) Comportement macroscopique moyen



(b) Histogrammes moyens de longueurs de fragment à saturation



(c) Evolution des ouvertures moyennes (trait plein) et des écarts types (trait pointillé) sur tous les tirages

Figure III.14 – Effets macroscopiques et microscopiques de τ , avec $\gamma = 0$ (les données expérimentales regroupent l'ensemble des essais pour les longueurs de fragment matriciel, et tous les essais MEB pour les ouvertures de fissure)

L'ajustement du paramètre τ seul ne permet pas, à distribution de contraintes à rupture fixée (identifiée par ailleurs), d'obtenir une modélisation cohérente avec les observations expérimentales macroscopiques et microscopiques. L'identification va donc être effectuée en ajustant également le saut de contrainte γ modélisant l'énergie de décohésion interfaciale.

III.2.3 Identification à partir des ouvertures

Le modèle de décohésion de l'interface avec frottement constant établi par HUTCHINSON et JENSEN [Hut90] permet de déterminer le déplacement δ de l'extrémité de fibre qui concentre l'intégralité de la force F exercée. Ce déplacement est exprimé par MARSHALL [Mar92] en fonction des paramètres interfaciaux τ et γ et de la contrainte globale $\bar{\sigma}$ ¹ :

$$\begin{cases} \delta = \frac{(b_2 + b_3) R_F}{4\tau E_M} \left[\left(\frac{\bar{\sigma}}{f} - \sigma_{FNE} \right)^2 - \gamma^2 \right] \\ \sigma_{FNE} = a_1 \bar{\sigma}, \text{ où } a_1 = \frac{E_F}{\bar{E}} \end{cases} \quad (\text{III.38})$$

Ce déplacement correspond donc à la demi-ouverture d'une fissure *isolée*, c'est-à-dire sans fissure voisine suffisamment proche pour que les zones de décohésion se chevauchent, dans le minicomposite soumis à la contrainte globale $\bar{\sigma}$. L'ouverture est donc liée à la force par un polynôme de degré 2, dont les coefficients dépendent directement de τ et γ :

$$\begin{cases} u = AF^2 - B \\ \tau = \frac{R_F (b_2 + b_3)}{2AE_M} \left(\frac{1 - a_1 f}{S_F} \right)^2 \\ \gamma = \left[\frac{2\tau E_M B}{R_F (b_2 + b_3)} \right]^{\frac{1}{2}} \end{cases} \quad (\text{III.39})$$

Lors des quatre essais de traction réalisés sous MEB, quelques fissures (numérotées sur la figure II.27) présentant des distances à leurs voisines élevées par rapport au pas de fissuration moyen ont été observées. Une régression polynômiale de l'ouverture de ces fissures sur F a été effectuée pour estimer τ et γ à partir des coefficients A et B issus de la régression (figure III.15). Malgré une dispersion inévitable due notamment aux incertitudes sur les mesures d'ouvertures et de section, les différentes corrélations permettent d'estimer un ensemble de paramètres cohérent, où τ est de l'ordre de 2 à 3 MPa et γ de l'ordre de 150 à 300 MPa.

Deux fissures pour l'essai 4 permettent notamment d'identifier une contrainte de cisaillement interfacial de 2,3 MPa. Les résultats de la modélisation de cet essai, à positions fixées, en tenant compte de différentes énergies de décohésion interfaciales en accord avec l'identification, sont présentés sur les figures III.16 et III.17.

1. a_1 , b_2 et b_3 sont des grandeurs sans dimension fonction des coefficients élastiques définies par HUTCHINSON et JENSEN [Hut90] et rappelées annexe E

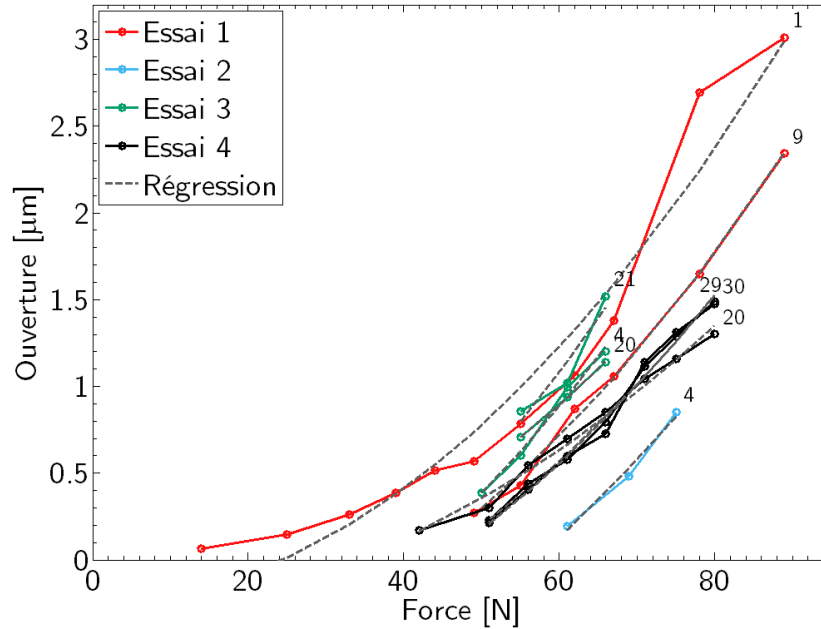


Figure III.15 – Régression polynômiale des ouvertures de fissure quasi-isolées

	Essai 1		Essai 2	Essai 3			Essai 4		
	fiss.1	fiss.9	fiss.4	fiss.4	fiss.20	fiss.21	fiss.20	fiss.29	fiss.30
τ [MPa]	1.96	2.12	2.34	1.77	2.46	1.63	3.13	2.36	2.31
γ [MPa]	141	239	328	235	168	216	193	254	259
R^2	0.9539	0.9971	0.9857	0.9894	0.9997	0.9052	0.9888	0.9940	0.9844
d_{moy} [μm]	570	485	600	635	650	530	370	435	420
d_{min} [μm]	460	460	460	510	440	440	290	260	230

R désigne ici le coefficient de corrélation, d_{min} et d_{moy} les distances minimales et moyennes aux fissures voisines de la fissure étudiée.

Tableau III.2 – Résultats des régressions polynômiales

Ces premières simulations montrent que *la prise en compte de l'énergie de décohésion interfaciale permet de mieux représenter le comportement macroscopique mais aussi microscopique*. En effet, la zone de non-linéarité de la courbe de comportement est beaucoup mieux décrite. De même, les ouvertures modélisées correspondent aux ouvertures mesurées et la plupart des positions de fissure sont valides. Notons qu'une augmentation du saut de contrainte γ retarde les effets de l'endommagement sur le comportement macroscopique. Avant la contrainte $\bar{\sigma}_i$ à fournir pour dépasser ce saut et créer une décohésion, les fissures n'ont aucun effet sur les profils de contrainte (les ouvertures sont donc nulles). Une diminution de γ aura par contre tendance à assouplir le comportement.

Cette modélisation étant indépendante de la distribution des contraintes à rupture de la matrice, elle montre qu'il est nécessaire de ne pas négliger l'énergie de décohésion interfaciale pour obtenir un comportement cohérent avec les observations expérimentales d'un point de vue macroscopique et microscopique.

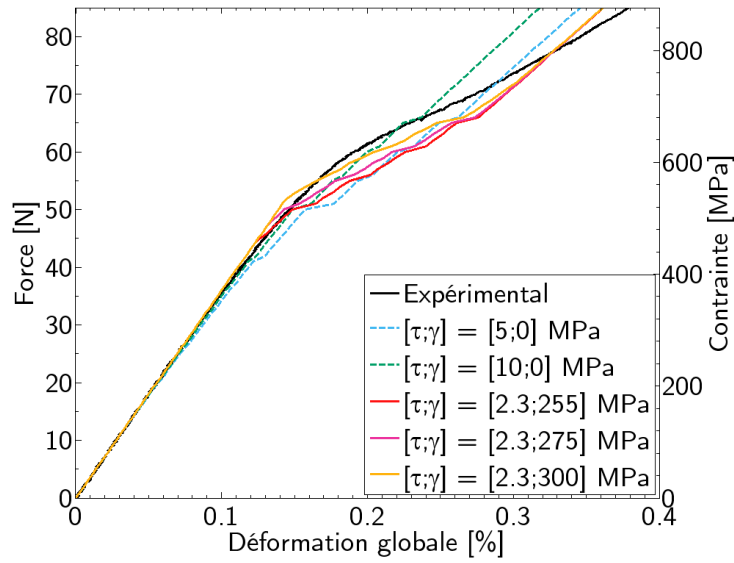


Figure III.16 – Effet de γ sur le comportement macroscopique simulé de l'essai MEB 4

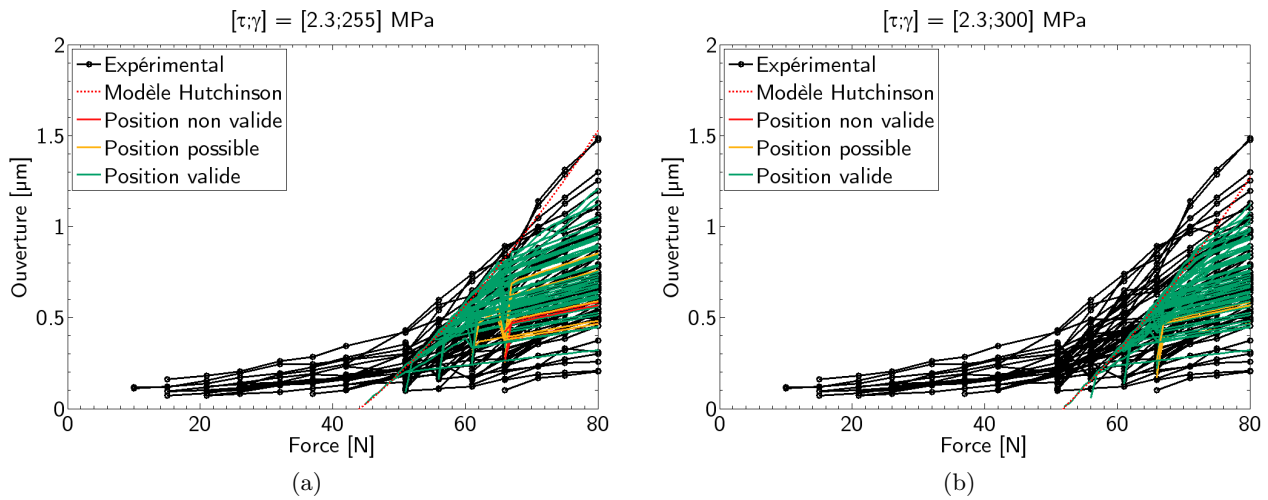


Figure III.17 – Effet de γ sur les ouvertures des fissures l'essai MEB 4, à positions fixées

III.2.4 Identification sur le modèle complet

L'utilisation ci-dessus (§III.2.3) du modèle à positions de fissures fixées montre qu'il est nécessaire de tenir compte de l'énergie de décohésion interfaciale pour représenter l'endommagement du mini-composite aux deux échelles. Afin de simplifier l'identification complète des paramètres interfaciaux, le saut de contrainte γ est fixé à 250 MPa en s'appuyant sur les valeurs identifiées et sur un début de non-linéarité de la courbe macroscopique expérimentale estimé à 450 MPa (correspondant à $\bar{\sigma}_i$, lié à γ par la relation (III.40), où c_3 est défini dans [Hut90]).

$$\gamma = \frac{(1-f)\bar{\sigma}_i}{fc_3} \quad (\text{III.40})$$

Dix tirages aléatoires de contraintes à rupture sur des longueurs de 25 mm ont été modélisés à γ fixé, en faisant varier successivement τ dans un intervalle cohérent avec les valeurs identifiées par régression. Le comportement macroscopique moyen des dix tirages est présenté en figure III.18. La correspondance par rapport à la courbe expérimentale est globalement bonne pour tous les couples représentés. Les différences sont plus marquées si l'on s'intéresse aux données microscopiques présentées en figure III.19. En résumé, c'est le couple $\tau=2,5$ MPa, $\gamma=250$ MPa qui donne la meilleure correspondance macroscopique et microscopique. En effet, un τ plus élevé est responsable d'un comportement macroscopique légèrement plus raide, et d'une dispersion plus faible des ouvertures de fissure. Au contraire, si τ est plus faible, le comportement macroscopique est trop souple, les longueurs de fragment matriciel et les ouvertures trop importantes.

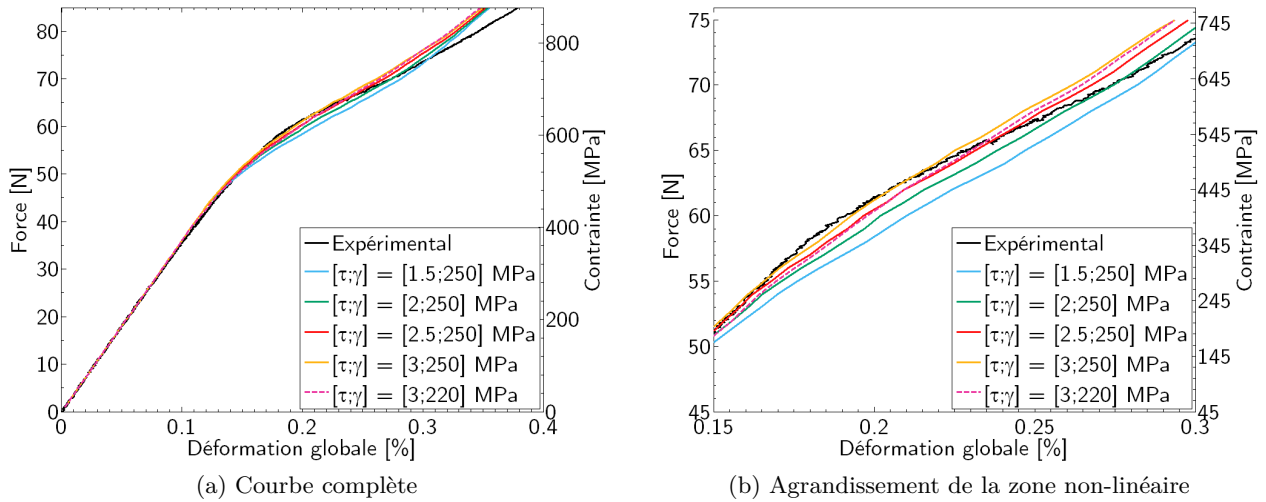
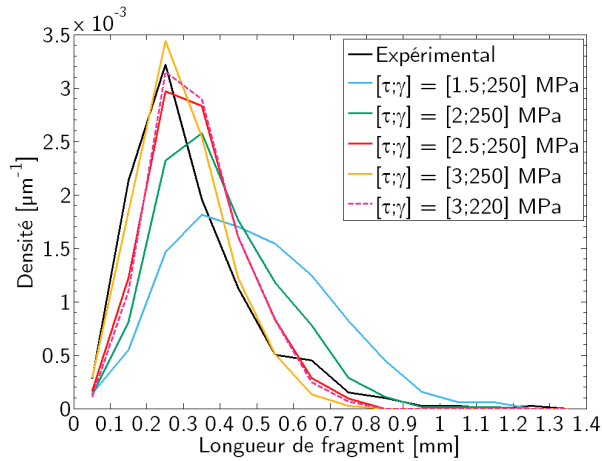
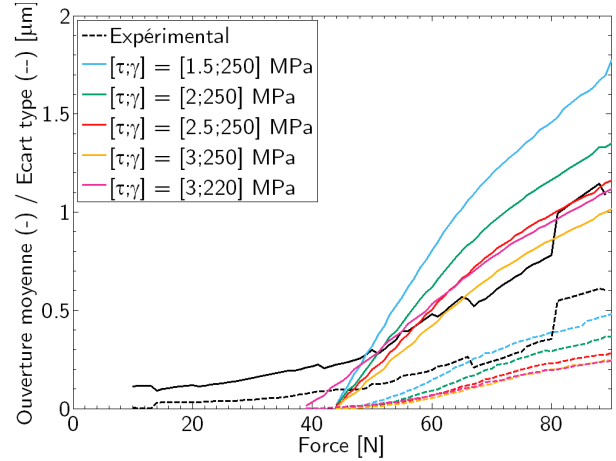


Figure III.18 – Effet de τ à γ fixé sur le comportement macroscopique moyen



(a) Histogrammes moyens de longueurs de fragment à saturation



(b) Evolution des ouvertures minimales (trait pointillé) et maximales (trait plein) par tirage

Figure III.19 – Effet de τ à γ fixé sur les longueurs de fragment matriciel et les ouvertures de fissure

D'autres couples de paramètres interfaciaux ont été testés en faisant également varier γ , toujours en restant dans les intervalles identifiés tableau III.2. Le couple $\tau=3$ MPa, $\gamma=220$ MPa permet également d'obtenir une très bonne correspondance. *Nous retiendrons cependant les paramètres suivants, représentant une meilleure dispersion des ouvertures* : $\tau=2,5$ MPa, $\gamma=250$ MPa.

Enfin, notons qu'un saut de contrainte γ de 250 MPa correspond à une énergie de décohésion interfaciale Γ_i d'environ $0,74 \text{ J/m}^2$ valeur cohérente avec les niveaux attendus pour les composites SiC/SiC (voir §III.2.1.3).

III.2.5 Synthèse et validation

La démarche d'identification du modèle 1D pour la partie de fissuration matricielle mène donc à deux résultats principaux :

- Il n'est pas possible d'obtenir un comportement macroscopique cohérent avec les données expérimentales et des prévisions d'ouvertures de fissure correctes en négligeant l'énergie de décohésion interfaciale (indépendamment des paramètres de Weibull).
- Un couple de paramètres interfaciaux a pu être identifié ($\tau=2,5$ MPa, $\gamma=250$ MPa), en fixant tous les autres paramètres du modèle (dont la distribution des contraintes à rupture de la matrice) aux valeurs mesurées expérimentalement.

Pour résumer et valider définitivement les paramètres retenus, les résultats du modèle sur dix réalisations ($L_0=25$ mm) sont rassemblés sur la figure III.20. La simulation numérique de la fissuration matricielle permet finalement de bien rendre compte :

- du *comportement macroscopique*, avec cependant une dispersion des résultats plus faibles que les courbes expérimentales (en partie à cause de l'hypothèse des sections constantes égale aux mesures expérimentales moyennes) ;

- de la *cinétique d'apparition des fissures*, puisque comme cela a été observé expérimentalement, la majorité des fissures apparaît entre 40 et 75 N et quelques fissures peuvent apparaître également dès 20 N et jusqu'à environ 100 N ;
- des *longueurs de fragment matriciel* (et donc du pas de fissuration moyen) à saturation, avec une dispersion également plus faible que les données expérimentales ¹ ;
- des *ouvertures de fissure*, où la prise en compte d'une énergie de décohésion interfaciale revient à négliger l'ouverture des fissures aux faibles chargements (inférieurs à $\bar{\sigma}_i$).

Enfin, le modèle à incrément de charge ($\Delta F=1$ N) utilisé a été comparé au modèle par dichotomie, révélant que moins de 2% de fissures sont omises, n'ayant aucune incidence visible sur les réponses macroscopiques et microscopiques.

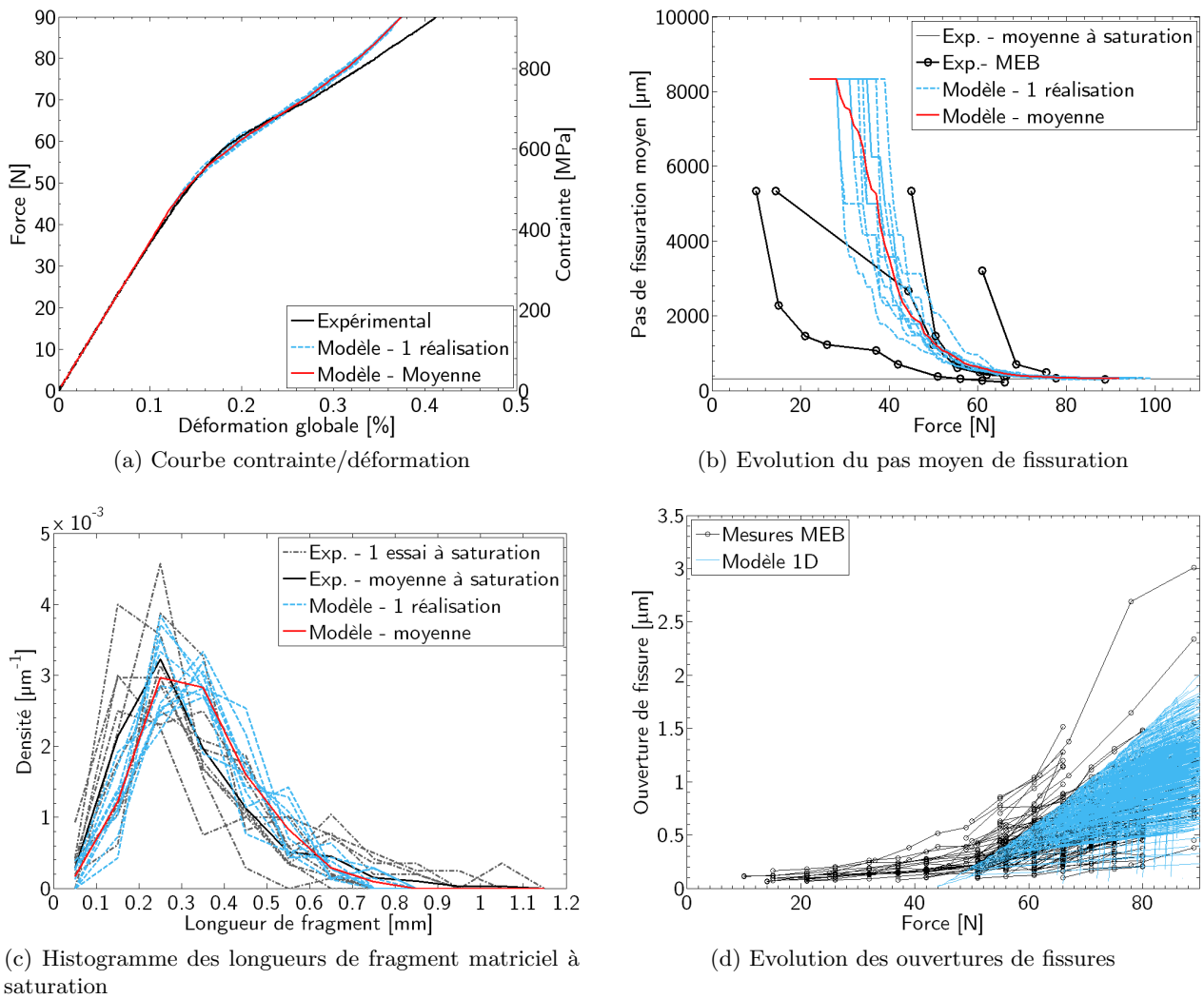


Figure III.20 – Comparaison des résultats macroscopiques et microscopiques finaux ($\tau=2.5$ MPa, $\gamma=250$ MPa, dix réalisations de longueur $L_0=25$ mm) aux résultats expérimentaux

1. Les valeurs expérimentales par essai sont cependant issues de mesures sur des longueurs plus faibles (de 12 à 16 mm), ce qui a tendance à accentuer la dispersion expérimentale pour les pas de fissuration

III.3 IDENTIFICATION : RUPTURES DE FIBRE

La première partie de l'identification a permis de modéliser de manière satisfaisante le début de l'endommagement dû à la fissuration matricielle. Les paramètres interfaciaux liés à la fissuration matricielle déterminés sont considérés maintenant comme fixes. La poursuite de l'identification consiste à étudier les paramètres liés aux ruptures de fibre uniquement pour modéliser la seconde partie de la courbe de comportement, en recherchant toujours un accord avec les observations microscopiques.

Nous montrerons tout d'abord que l'hypothèse usuelle d'égalité entre la contrainte de cisaillement interfacial pour le transfert de charge autour des fissures et celle pour le transfert de charge autour des ruptures de fibre surestime largement la contrainte à rupture. Ensuite, il sera mis en évidence que seule une diminution de la contrainte interfaciale pour les ruptures de fibres, combinée à l'apparition précoce d'un nombre de ruptures important, permet d'obtenir un comportement satisfaisant. On montrera qu'une modification de la distribution de contraintes à rupture ou la prise en compte d'un partage de charge local plutôt que global ne permettent pas de reproduire ces ruptures de fibre prématurées. Enfin, une hypothèse d'effets dynamiques dus à la propagation des fissures matricielles de la périphérie vers le centre de la section est finalement proposée.

III.3.1 Paramètres initiaux et module tangent

Les paramètres caractérisant la distribution à rupture de Weibull des fibres Hi-Nicalon S peuvent être mesurés en sollicitant plusieurs fibres individuellement, sur une machine de traction spécifique disponible au SRMA [Col08]. Les paramètres ont été identifiés sur deux séries d'essais sur une cinquantaine de fibres au total [Pie06, Max10]. Les probabilités de rupture sont estimées grâce à l'estimateur couramment utilisé $P_R(\sigma_i) = \frac{i-0.5}{N}$, où N est le nombre d'échantillons et i le rang de la i -ième contrainte à rupture, classée par ordre croissant. Les paramètres m_{0F} et σ_{0F} (valeurs tableau III.3) sont ensuite déterminés par régression linéaire de la forme logarithmique de la relation (III.18). Ces paramètres sont cohérents avec ceux déterminés par SAUDER et al. [Sau09] par essai de traction sur un fil de fibres Hi-Nicalon S.

Comme cela a été présenté lors de l'élaboration du modèle (§III.1.2.1), la contrainte de cisaillement interfacial utilisée est initialement identique à celle de la fissuration matricielle. L'ensemble des paramètres de Weibull et interfaciaux sont présentés tableau III.1. Les paramètres géométriques et élastiques sont identiques à ceux utilisés pour l'identification du modèle concernant la fissuration matricielle (tableau III.1).

Paramètre	Matrice		Fibres	
Contrainte de cisaillement interfacial [MPa]	τ	2.5	τ	2.5
Saut de contrainte [MPa]	γ	250	-	-
Module de Weibull	m_M	4.6	m_F	6.3
Paramètre d'échelle [MPa] ($V_0=1 \text{ mm}^3$)	σ_{0M}	278	σ_{0F}	1217

Tableau III.3 – Paramètres utilisés pour l'identification du modèle de fissuration matricielle

La figure III.21 présente la réponse macroscopique du modèle avec les paramètres énoncés ci-dessus, comparée à la courbe expérimentale et au modèle analytique de CURTIN [Cur98] (utilisation identique à celle décrite §III.1.2.3). Un tirage a également été modélisé en utilisant le modèle par dichotomie afin de valider le pas de chargement utilisé ($\Delta F=1 \text{ N}$).

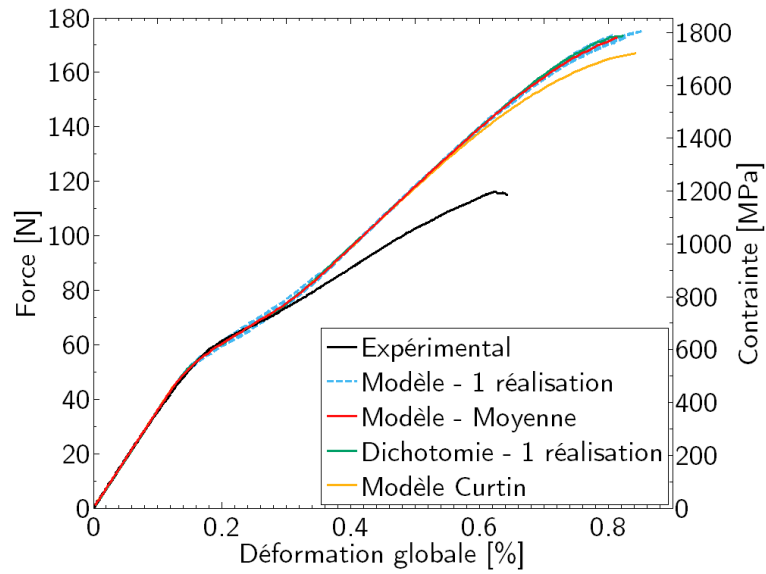
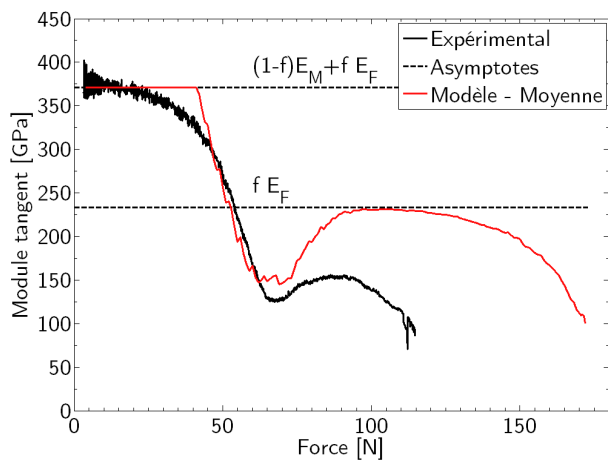
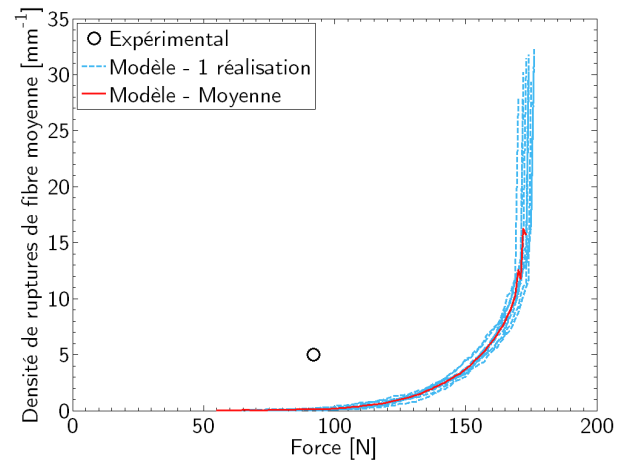


Figure III.21 – Comportement macroscopique avec les distributions de Weibull expérimentales



(a) Module tangent



(b) Densité de ruptures de fibre moyenne

Figure III.22 – Evolution des modules tangents et densités de ruptures de fibre en fonction de la force appliquée

Le modèle 1D proposé et le modèle de CURTIN prévoient tous deux une contrainte à rupture bien plus importante que celle attendue. C'est en fait la réponse expérimentale qui s'écarte de la tendance usuellement attendue qui suppose que le module tangent E_t tend vers fE_F . On montre en effet que c'est le cas si la saturation de la fissuration matricielle est atteinte et que les fibres reprennent l'intégralité de la charge [Ave71, Eva94a]. Comme le montre la figure III.22a, le module tangent du modèle est égale à cette valeur théorique après la fissuration matricielle, et ne chute qu'à partir de 125 N (effort supérieur à l'effort à rupture observé expérimentalement). Des sous-estimations de la chute du module tangent ont déjà été observées sur d'autres composites unidirectionnels céramiques à fibres SiC [Bey92, Spe93, He94] et sont attribués à la présence de ruptures de fibre. Cette hypothèse est vérifiée sur la figure III.22b qui montre que la densité moyenne de ruptures de fibre n'atteint 5/mm qu'à 155 N environ, alors que cette même densité a été observée à 92 N lors des observations tomographiques (chapitre II §II.2.3.2).

Le nombre de ruptures de fibre engendrées par le modèle aux chargements intermédiaires (80-100 N) avec les paramètres initiaux est très insuffisant. La démarche d'identification doit donc aller dans le sens d'une apparition plus précoce des ruptures de fibre. Les paramètres étudiés pour atteindre cet objectif sont la contrainte de cisaillement interfacial, la distribution des contraintes à rupture des fibres et la modélisation du partage de charge.

III.3.2 Contrainte de cisaillement interfacial

La première possibilité pour améliorer le modèle est de considérer que la déviation d'une fissure matricielle le long de multiples interfaces fibre/matrice n'est pas à traiter de manière identique à une rupture de fibre le long d'une unique interface. Il est donc envisagé, pour avancer l'apparition des ruptures de fibre et la rupture ultime du composite, de diminuer la contrainte de cisaillement interfacial associée au transfert de charge τ autour des ruptures de fibre. Nous distinguerons maintenant la constante τ_M (qui reste inchangée), associée aux fissures matricielles, et la constante τ_F associée aux ruptures de fibre. Avant d'étudier plus précisément les effets d'une diminution de τ_F , il est nécessaire d'analyser les effets de bords qui peuvent devenir importants pour de faibles valeurs de τ_F . Une contrainte de cisaillement interfacial pourra ensuite être identifiée afin d'obtenir une déformation macroscopique et une densité de ruptures cohérente avec les observations expérimentales.

III.3.2.1 Effets de bords

Le modèle tel qu'il est mis en œuvre ne prend pas en compte de conditions aux limites particulières du type périodique. Les bords de l'échantillon simulé n'ont pas de voisinage. Ces zones auront donc tendance à être moins endommagées que le centre, puisqu'elle ne subissent l'effet d'un voisinage endommagé que d'un seul côté. Il y a moins de charge à reprendre pour les zones saines, donc des contraintes plus faibles et moins de ruptures déclenchées. Ces effets n'ont pas été abordés plus tôt car les valeurs de τ_M étudiées permettent de les négliger totalement pour les longueurs simulées. Il est par contre nécessaire de s'en préoccuper pour les ruptures de fibre si τ_F doit prendre des valeurs plus faibles, d'autant plus que, les niveaux de contrainte d'apparition des ruptures étant plus élevées, les longueurs des zones endommagées le sont aussi.

La figure III.23 permet de mettre en évidence ces effets de bords en présentant l'évolution de la déformation locale des fibres intactes avec une valeur de τ_F faible (0,5 MPa). La déformation est effectivement globalement plus faible aux extrémités sur une longueur d'environ 10 mm. Ces zones qui ont un impact moindre pour une longueur de 75 mm occupent la quasi-totalité de l'échantillon de 25 mm. L'impact sur le comportement macroscopique des effets de bords est mis en évidence sur

la figure III.24, où la déformation globale est déterminée de deux manières différentes. La première déformation est calculée sur la longueur complète simulée, alors que la deuxième ne tient pas compte des 2×12 mm aux extrémités. On constate que la différence entre les deux déformations est marquée pour les faibles longueurs, et qu'elle devient négligeable pour les longueurs plus importantes. Ces effets de longueurs ont également été mis en évidence dans les modèles de rupture de fibre existant, puisque les estimations analytiques obtenues sont indépendantes de la longueur uniquement si la longueur du composite est supérieure à $2\delta_c$ [Cur91a, Hil97, Cur98] (où δ_c est la longueur caractéristique définie équation (III.12) §III.1.1.3, soit à environ 80 mm avec les paramètres utilisés figure III.24).

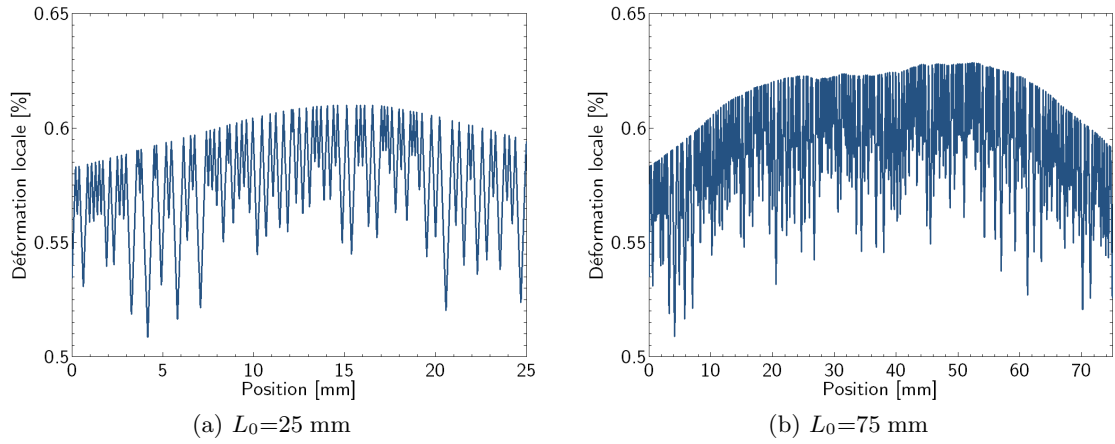


Figure III.23 – Déformation locale à 130 N en fonction de la position (attention les échelles des abscisses sont différentes) pour $\tau_F = 0,5$ MPa

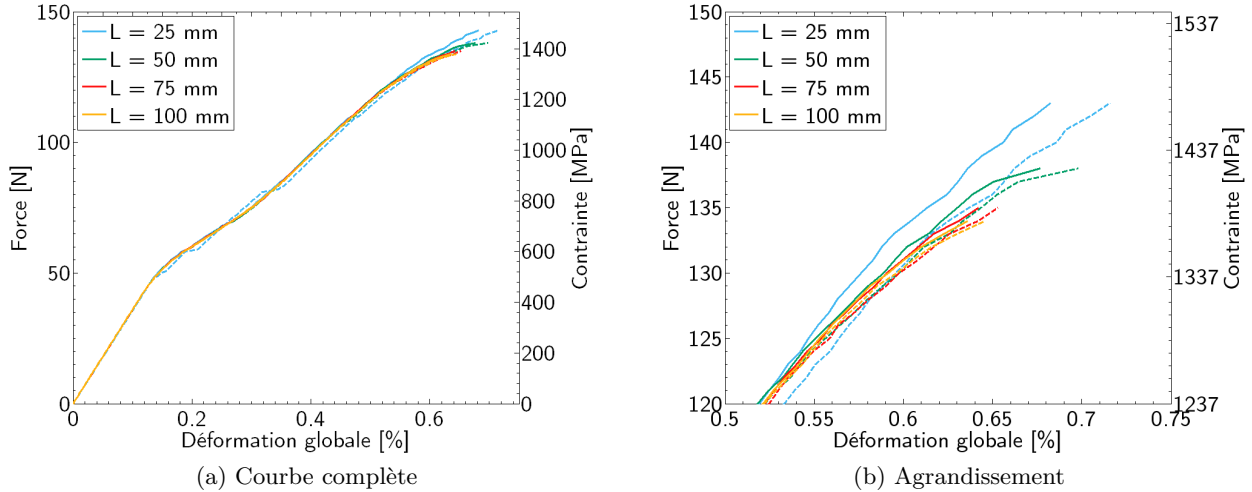


Figure III.24 – Courbes macroscopiques en fonction de la longueur modélisée et de la prise en compte des bords dans le calcul de la déformation globale (trait plein : calcul sur la longueur complète, trait pointillé : bords ignorés)

Pour la suite des simulations, nous choisissons de calculer la déformation globale sur la longueur simulée complète, pour des longueurs suffisamment grandes pour que les effets de bords soient négligeables. Dans le cas présenté ci-dessus, une longueur de 75 mm est suffisante pour pouvoir les négliger (et donne des résultats similaires à 100 mm).

III.3.2.2 Effets de la contrainte de cisaillement interfacial associée aux ruptures de fibre

L'effet τ_F sur le comportement macroscopique et l'évolution de la densité moyenne de ruptures de fibre est présenté sur la figure III.25. Diminuer τ_F permet effectivement de réduire la contrainte à rupture ultime du composite en déclenchant les ruptures de fibre plus tôt. La chute du module tangent est donc également plus précoce. En effet, si la contrainte de cisaillement interfacial diminue, les zones endommagées associées à chaque rupture sont plus grandes (pente plus faible). Ainsi, le transfert de charge aux fibres intactes s'effectue sur une longueur plus importante, rendant plus de contraintes à rupture susceptibles d'être activées.

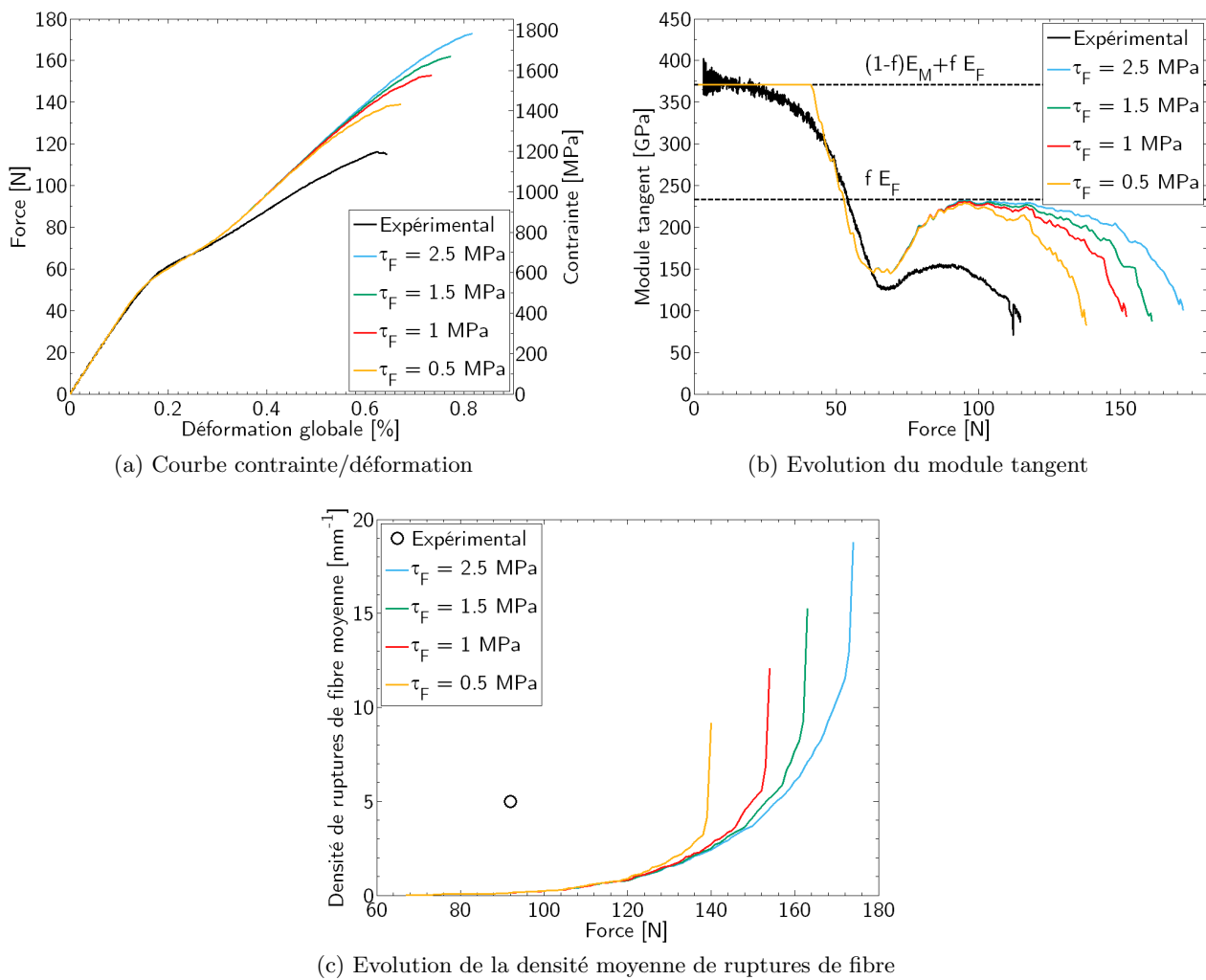


Figure III.25 – Effets d'une diminution de τ_f sur les réponses macroscopiques et microscopiques (un tirage, $L_0=75$ mm)

Si diminuer τ_F permet d'améliorer la réponse macroscopique, ce n'est pas encore suffisant pour obtenir le comportement obtenu. De même, la densité de ruptures de fibre à 92 N est encore beaucoup trop faible.

III.3.2.3 Identification de la contrainte de cisaillement interfacial associée aux ruptures de fibre

Afin d'identifier définitivement τ_F indépendamment de la distribution des contraintes à rupture des fibres, la densité de ruptures de fibre attendue (5/mm) à 92 N a été "forcée" en ajoutant aléatoirement les ruptures le long du minicomposite. La déformation globale obtenue à 92 N (pour dix simulations) pour différentes valeurs de τ_F est présentée sur la figure III.26.

La contrainte de cisaillement interfacial identifiée, $\tau_F=0,4$ MPa est donc celle permettant d'obtenir la déformation macroscopique mesurée expérimentalement, avec le bon nombre de ruptures de fibre. Toute autre valeur de τ_F rendra impossible la correspondance modélisation/expérience de la courbe de comportement et de la densité de rupture de fibre, à 92 N.

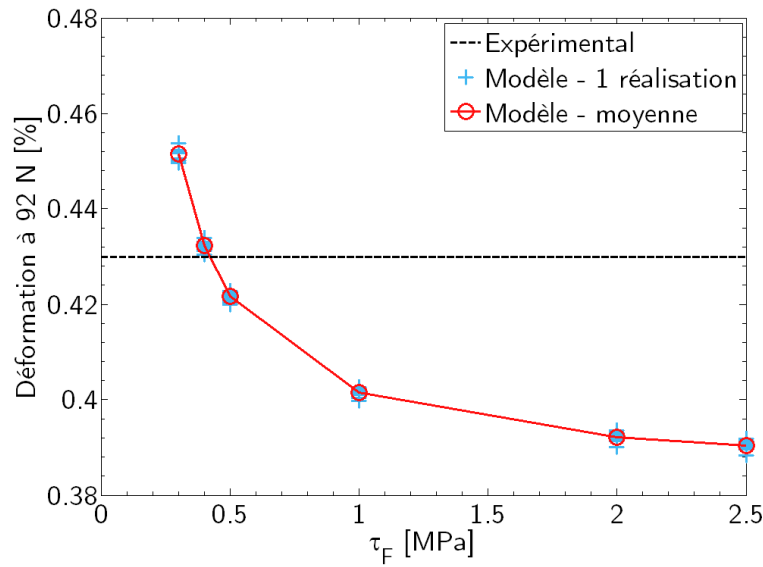


Figure III.26 – Evolution de la déformation macroscopique à 92 N en fonction de τ avec 5 rupt/mm réparties aléatoirement (dix tirages, $L_0=75$ mm)

De plus, l'utilisation de cette nouvelle valeur de contrainte de cisaillement interfacial, couplée à l'ajout aléatoire du nombre de ruptures de fibre observé expérimentalement, permet d'obtenir une fin de courbe macroscopique conforme à la courbe expérimentale (figure III.27). Notons que les contraintes à rupture des fibres suivent la distribution de Weibull identifiée expérimentalement. Ainsi, *les ruptures de fibres engendrées à partir de la population ajoutée à 92 N permettent d'obtenir la chute du module tangent attendue et la bonne contrainte à rupture ultime. Nous montrons ici que le modèle ne peut reproduire correctement le comportement macroscopique du minicomposite que si les phénomènes d'endommagement sont correctement représentés à l'échelle microscopique.* Il est maintenant nécessaire de s'intéresser à la raison d'être et à l'insertion de ces ruptures de fibre précoces.

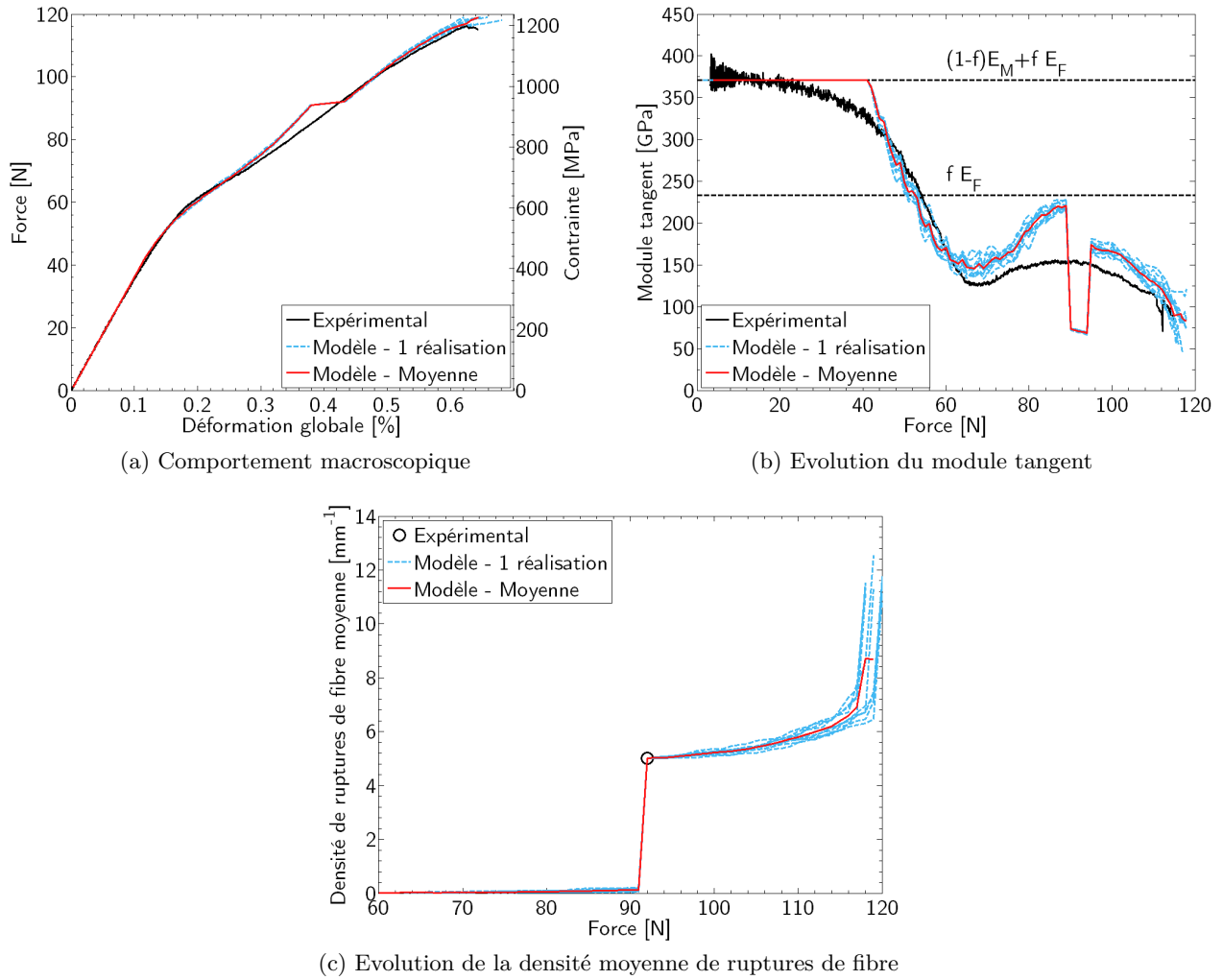


Figure III.27 – Résultats du modèle 1D avec les distributions de Weibull expérimentales ($\sigma_{0F}=1217$ MPa, $m_F=6.3$), $\tau_F=0.4$ MPa et introduction des ruptures de fibre observées expérimentalement

III.3.3 Modifications envisagées

Deux hypothèses du modèles sont ici reconsidérées pour essayer d'introduire ces ruptures de fibre prématurées : l'identification d'une distribution de Weibull unimodale pour les contraintes à rupture des fibres et le partage global de la charge perdue par une fibre rompue. La remise en question de ces hypothèses va cependant s'avérer insuffisante pour engendrer les ruptures de fibre nécessaires. Nous proposerons donc finalement un scénario impliquant des effets dynamiques liés à la propagation des fissures matricielles et pouvant engendrer ces ruptures.

III.3.3.1 Distribution des contraintes à rupture

L'identification de la distribution statistique des contraintes à rupture des fibres par une distribution de Weibull unimodale est la plus courante. D'autres distributions peuvent être néanmoins envisagées, comme des distributions de Weibull bimodales qui permettent de représenter deux populations de défauts [Jun93, Lis97b, Zin99, Pet01]. Plusieurs auteurs suggèrent qu'une distribution bimodale pourrait mieux décrire le comportement à rupture des fibres [Eva94a, Spe93, He94]. Il ne s'agit par contre encore que de fibres SiC de générations antérieures à celles étudiées.

La fonction de distribution de Weibull bimodale utilisée est une distribution du type additif s'écrivant sous la forme :

$$P(\sigma_{RF}) = p \left\{ 1 - \exp \left[- \frac{V_F}{V_0} \left(\frac{\sigma_{RF}}{\sigma_{0F,1}} \right)^{m_{M,1}} \right] \right\} + (1 - p) \left\{ 1 - \exp \left[- \frac{V_F}{V_0} \left(\frac{\sigma_{RF}}{\sigma_{0F,2}} \right)^{m_{M,2}} \right] \right\} \quad (\text{III.41})$$

Le tableau III.4 rassemble les paramètres de différentes distributions de Weibull testées. La distribution 1 correspond à la distribution bimodale identifiée sur les contraintes à rupture mesurées expérimentalement sur les fibres individuelles¹. Les distributions 2, 3 et 4 ont été choisies pour augmenter le poids des contraintes à rupture les plus faibles. Les résultats issus des simulations² avec chacune de ces distributions sont présentés figure III.28.

	σ_{0F} [MPa]		m_F		p
	1	2	1	2	
Identification unimodale	1217		6.3		-
Distribution 1	1086	1569	12.1	8.2	0.0513
Distribution 2	800	1200	12	6	0.05
Distribution 3	800	1200	16	6	0.05
Distribution 4	800		6		-

Tableau III.4 – Paramètres des distributions de Weibull testées

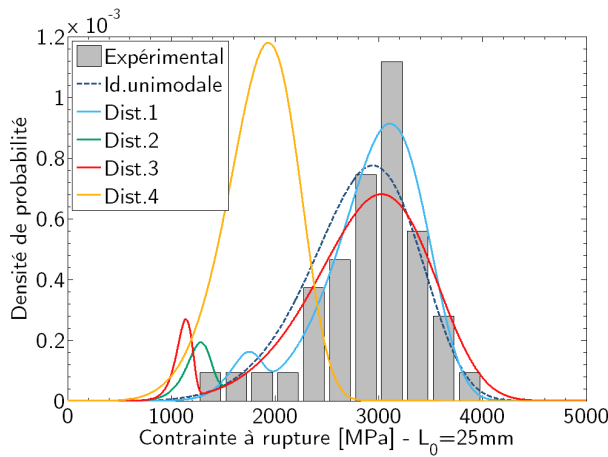
L'identification d'une distribution bimodale sur les contraintes à ruptures expérimentales (distribution 1) permet d'obtenir un effort à rupture ultime satisfaisant, mais la déformation macroscopique reste trop faible (0,52% au lieu de 0,65% à rupture) et le module tangent trop élevé. Cette faible

1. Par méthode du maximum de vraisemblance disponible dans MATLAB®.

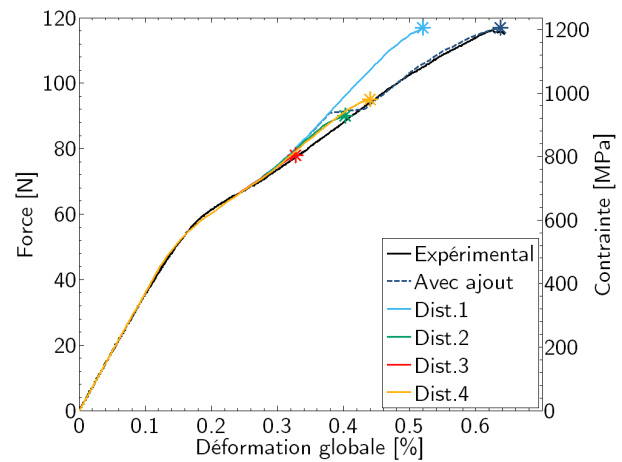
2. Compte-tenu de la faible dispersion des résultats et de l'important écart entre chaque réponse, un seul tirage est effectué.

déformation est corrélée à une densité de ruptures de fibre qui reste trop faible aux chargements intermédiaires. Augmenter le poids des contraintes à rupture les plus faibles (distributions 2 à 4) permet de déclencher les ruptures de fibres plus tôt et de prévoir une déformation correcte, mais le phénomène d'apparition en cascade des ruptures de fibre menant à rupture complète est lui aussi prématuré.

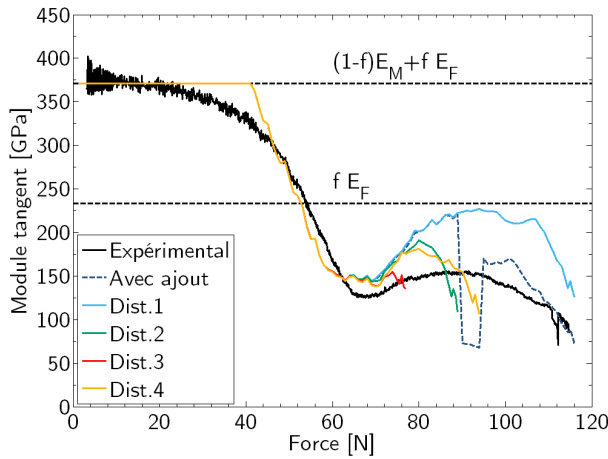
Il semble donc qu'il ne soit pas possible d'identifier une distribution de contrainte à rupture qui permette de représenter une réponse macroscopique satisfaisante sans entraîner une ruine du minicomposite prématurée. Nous conserverons donc la distribution de Weibull unimodale identifiée initialement. Les distributions envisagées sont en outre assez éloignées de la distribution expérimentale. Même s'il existe une incertitude sur la distribution expérimentale, elle ne justifierait pas de tels écarts.



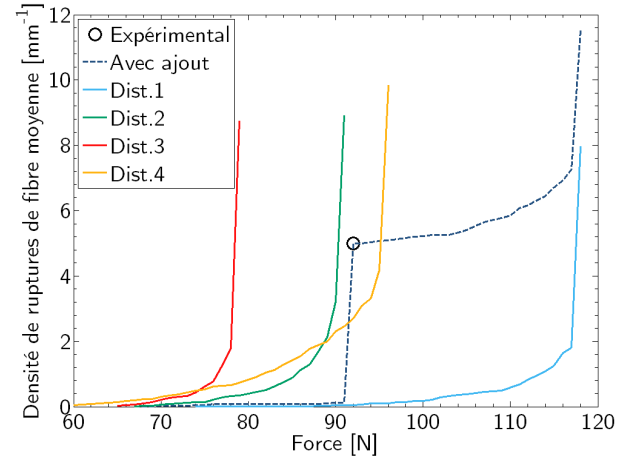
(a) Densités de probabilité



(b) Courbe contrainte/déformation (les ruptures ultimes sont représentées par le symbole *)



(c) Evolution du module tangent



(d) Evolution des densités moyennes de ruptures de fibre

Figure III.28 – Effets macroscopiques (b-c) et microscopiques (d) de différentes distributions de contraintes (a) à rupture des fibres ($\tau=0.4$ MPa, $L_0=75$ mm). Le dernier résultat obtenu §III.3.2.2 en ajoutant aléatoirement les ruptures de fibre attendues à 92 N avec la distribution unimodale initiale est rappelé.

III.3.3.2 Partage de charge local

Dans sa version de base, le modèle se fonde sur l'hypothèse courante du partage de charge global (Global Load Sharing, GLS). C'est-à-dire que la charge perdue est répartie uniformément sur la totalité des fibres intactes. Il existe d'autres modèles, notamment dans le cas de composites à matrice métalliques, où il est nécessaire de tenir compte d'une localisation du transfert de charge dans le voisinage de la fibre endommagée. On parle alors de partage de charge local (Local Load Sharing, LLS). La sur-contrainte engendrée sur les fibres qui reprennent la charge étant plus importante, ce type de transfert de charge mène à des efforts à rupture du composite plus faibles [Cur93c, Ibn97, Cal04].

La modélisation de ce phénomène a entre autres été initiée par les travaux d'HEDGEPEETH [Hed67] (utilisation de facteurs de concentrations de contraintes). Différentes techniques [Mis09a] plus ou moins complexes ont été développées, que nous ne détaillerons pas ici (voir à titre d'exemple ces quelques travaux [He93, Ibn97, Wad99, Zho95, Bey96, Wag93]).

Description du modèle

Afin d'estimer la validité d'un partage de charge local, le modèle 1D a été modifié pour prendre en compte une hypothèse de LLS simplifiée. Le transfert de charge étudié est notamment issu des travaux de CALARD [Cal04] appliqués à l'étude de la force à rupture d'un fil de fibres SiC Nicalon (première génération).

Les fibres sont supposés être arrangées dans le plan suivant un réseau hexagonal parfait (elles ont donc chacune six voisines immédiates), comme présenté sur la figure III.29. Chaque fibre transfère alors uniformément sa charge perdue à ses plus proches voisines *intactes* si elle est endommagée (le transfert de charge à la matrice intacte n'est pas pris en compte ici). Si une de ses voisines est endommagée, la somme des charges perdues par les deux fibres est uniformément répartie sur l'ensemble des plus proches voisines *intactes* des deux fibres endommagées. La contrainte des fibres intactes qui ne sont pas dans le voisinage direct d'une fibre endommagée est inchangée. Enfin, la déformation globale est égale à la déformation moyenne de toutes les fibres intactes.

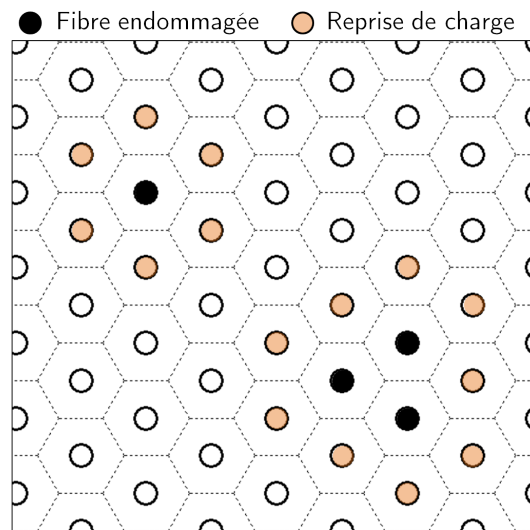
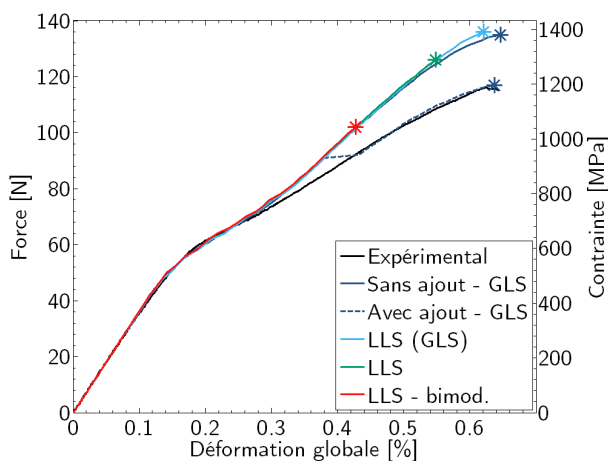


Figure III.29 – Schéma de l'arrangement de fibres hexagonal et exemple de report de charge local

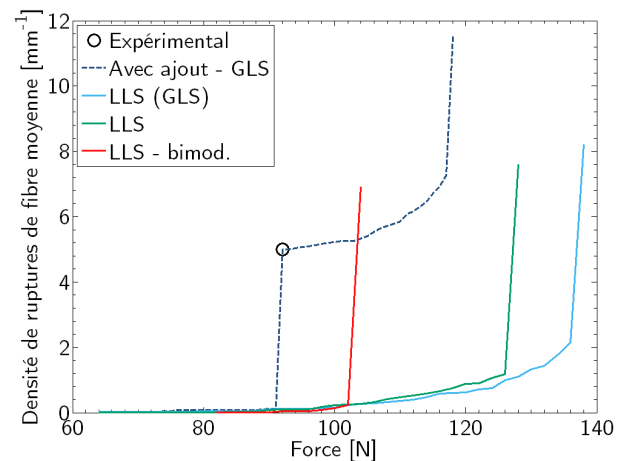
Effets sur le comportement macroscopique et la densité de ruptures

Nous comparons sur la figure III.30 les résultats en fonction de l'hypothèse de transfert de charge utilisés pour un tirage (GLS ou LLS). Deux réponses de référence sont indiquées : le modèle initial en GLS avec les paramètres initiaux ($\tau_F=0,4$ MPa, $\sigma_{0F}=1\ 217$ MPa, $m_F=6,3$) sans ajout des ruptures de fibre attendues et le modèle en GLS avec ajout des ruptures de fibres à 92 N. De plus, afin de valider la mise en œuvre de l'hypothèse de transfert de charge local, le modèle en LLS est appliqué en considérant que les fibres reprenant la charge ne sont pas les plus proches voisines intactes, mais l'ensemble des fibres intactes de la section considérée, ce qui correspond à une hypothèse de GLS. Notons que le faible écart entre le modèle LLS et le modèle GLS résulte de l'hypothèse du transfert de charge à la matrice saine négligé dans le modèle LLS.

Il apparaît que l'hypothèse de LLS précipite la rupture finale du composite, mais n'a pas les effets "comportementaux" attendus. En effet, la densité de ruptures de fibre commence à augmenter aussi tardivement qu'avec l'hypothèse de GLS, mais l'effet de cascade menant à la rupture apparaît plus rapidement (125 N au lieu de 140 N). Si l'on utilise l'hypothèse LLS avec la distribution de contraintes à rupture bimodale identifiée précédemment (distribution 1 tableau III.4), la rupture ultime est encore plus prématurée, mais toujours sans amélioration de la déformation globale qui reste trop faible (ainsi que la densité de ruptures à 92 N).



(a) Courbe contrainte/déformation (les ruptures ultimes sont représentées par le symbole *)



(b) Evolution des densités moyennes de ruptures de fibre

Figure III.30 – Effets macroscopiques et microscopiques du transfert de charge local (LLS) ($\tau_F=0.4$ MPa, $L_0=75$ mm)

A cette étape de la démarche, deux conclusions principales sont mises en évidence :

- *Le modèle avec hypothèse de transfert de charge global ne prévoit une réponse macroscopique en accord avec l'expérience que si $\tau_F=0,4$ MPa et en respectant la densité de ruptures de fibres observée expérimentalement à 92 N. Ceci montre qu'il est nécessaire de tenir compte d'une reprise de charge par les fibres rompues.*
- *Ces ruptures prématurées n'ont pu être amenées ni en modifiant la distribution de contraintes à rupture, ni en faisant l'hypothèse d'un transfert de charge local, leur effet étant principalement de réduire l'effort à rupture du minicomposite.*

III.3.3.3 Ajout d'effets dynamiques

Description générale de l'hypothèse

Le modèle tel qu'il est construit ne permet donc pas de représenter correctement l'apparition des premières ruptures de fibres dont dépendent fortement les caractéristiques à rupture du minicomposite. Le modèle repose en outre sur une hypothèse forte qui est la propagation instantanée des fissures matricielles dans toute la section du minicomposite, alors qu'il a été clairement mis en évidence que la propagation est dans la plupart des cas discontinue (§II.2.3.1). En effet, pour rappel, les observations tomographiques ont permis de mettre en évidence une propagation des fissures matricielles en trois étapes : amorce en périphérie, propagation sur toute la périphérie de la section, et enfin propagation vers le centre de la section. Cette propagation est de plus *discontinue*. Enfin, sur les six fissures observées, la propagation de la périphérie vers le cœur du minicomposite ont eu lieu entre 74 N et 80 N.

L'essai de caractérisation en tomographie a également permis d'observer l'apparition de quelques ruptures de fibres sous charge (figure II.16). On constate alors que la majorité des ruptures de fibre, contenues dans le segment de minicomposite observé à différents niveaux de charge, apparaissent également entre 74 N et 80 N. Elles sont de plus principalement localisées près des fissures matricielles (observation confirmée par l'étude de la radiographie de l'éprouvette complète à 92 N). Notons enfin que la réponse macroscopique commence à s'écarter de la courbe expérimentale à environ 70 N (voir figure III.20).

Si la surface de la zone à cœur du minicomposite ne représente qu'une faible partie de la section totale (évaluée à 5%) et n'a donc pas de poids conséquent dans l'équilibre statique du composite, il doit exister une dissipation d'énergie due à la rupture de la matrice dans cette zone. La correspondance entre les niveaux de chargements auxquels se produit cette propagation, et ceux auxquels ont été observées les premières ruptures de fibre nous permet d'envisager un phénomène supplémentaire. *Les premières ruptures de fibre pourraient être dues à des effets dynamiques induits par la dernière étape de propagation des fissures matricielles, de la périphérie vers le centre de la section.*

Ce scénario n'est pour l'instant qu'une hypothèse, et de plus fines observations de l'apparition des ruptures de fibre seraient nécessaires pour le confirmer. Nous proposons tout de même de modifier simplement le modèle de manière à rendre compte de ces éventuels effets.

Modélisation par amplification de contrainte

Il n'a pas été recensé d'exemple dans la littérature traitant de ruptures de fibres par effets dynamiques induits par une rupture matricielle. Il existe cependant des travaux sur les effets dynamiques induits par une rupture de fibre. Ces effets peuvent se produire le long de la même fibre [Wag98] ou dans les fibres voisines lors du transfert de charge [Sak84, Acc96]. L'utilisation de coefficient de concentration de contrainte, sur une durée infiniment courte, pour représenter le phénomène est envisagée dans un premier temps.

Avant de voir comment apparaissent les ruptures de fibres par effets dynamiques, il est nécessaire de définir quand ces effets se produisent. Comme mentionné plus haut, ils sont attribués à la propagation des fissures matricielles de la périphérie vers le centre, observée entre 74 N et 80 N. Nous définissons donc pour chaque fissure un *palier de propagation*, qui correspond à l'effort auquel la fissure considérée se propage. Compte-tenu des niveaux de propagations observés et de la zone de divergence de la réponse macroscopique modélisée par rapport à la courbe expérimentale, les paliers de propagation sont supposés suivre une distribution normale représentée sur la figure III.31. Dans la pratique, à l'apparition de chaque fissure un palier de propagation est tiré aléatoirement et attribué définitivement à la fissure. Pour les quelques fissures apparaissant à des chargements similaires aux paliers de propagation (la limite est fixée à 70 N), leur palier est égal à leur niveau d'apparition.

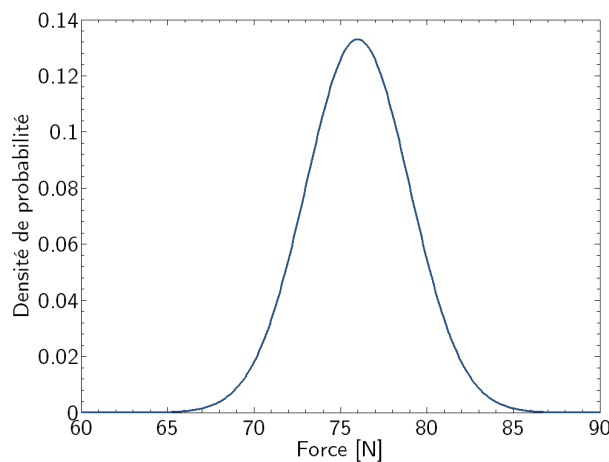
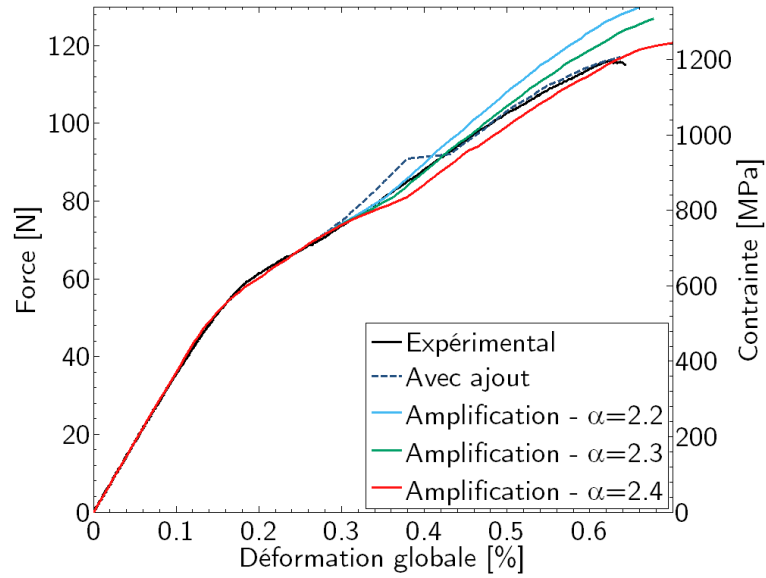


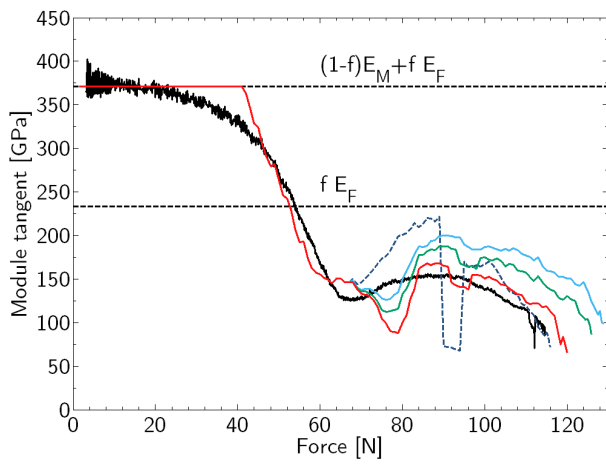
Figure III.31 – Distribution des paliers de propagation des fissures matricielles (moyenne : 76 N, écart type : 3 N)

Des effets dynamiques sont simulés à chaque fois qu'un palier de propagation est atteint, localisés dans le voisinage de la fissure concernée. L'observation de la radiographie sous charge (obs. B, figure II.14) permet de mesurer une distance moyenne entre les ruptures de fibre et de la fissure principale la plus proche d'environ 50 μm (60 μm par rapport au centre de la fissure, 40 μm par rapport à son extrémité). *Les effets dynamiques sont donc simulés dans une zone de localisation de $\pm 50 \mu\text{m}$ autour de chaque fissure matricielle.*

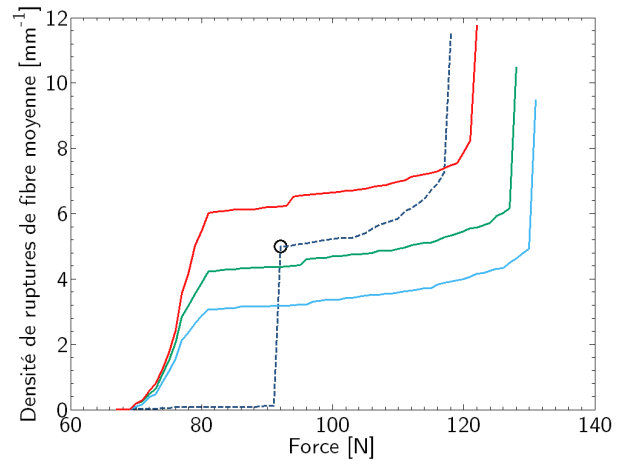
Enfin, nous proposons dans un premier temps de modéliser les effets dynamiques dans les fibres par une amplification de contrainte. Lorsqu'un palier de propagation est atteint, la contrainte de chaque fibre est multipliée par un coefficient α dans la zone de localisation autour de la fissure. La figure III.32 montre qu'il est possible d'identifier un coefficient $\alpha=2,3$ pour obtenir un bon résultat macroscopique, lié directement à une densité de rupture de fibres moyenne proche de la valeur mesurée expérimentalement à 92 N. Si cette simulation d'effets dynamiques permet d'améliorer significativement les contraintes et déformations à rupture, le module tangent est encore légèrement sur-estimé.



(a) Courbe contrainte/déformation



(b) Evolution du module tangent



(c) Evolution des densités moyennes de ruptures de fibre

Figure III.32 – Ajout d'effets dynamiques par amplification locale de contrainte ou ajout local d'une sur-contrainte dans les fibres ($\tau=0.4$ MPa, $L_0=75$ mm)

Modélisation par ruptures aléatoires

L'ajout d'effets dynamiques par amplification locale de contrainte ne permet pas de rendre compte complètement de la chute du module tangent, alors qu'elle est bien décrite lorsque les ruptures manquantes sont ajoutées aléatoirement à 92 N (figure III.32). Cette différence provient justement du fait que dans le deuxième cas, les lieux de ruptures sont choisis indépendamment des contraintes à rupture des fibres. Des contraintes à rupture élevées peuvent donc être activées plus tôt que si l'on modélise les effets dynamiques par amplification de contrainte qui, comme l'illustre la figure III.33, ne permet que de déclencher les plus faibles contraintes à rupture. Cette conclusion est confirmée en modélisant l'ajout arbitraire des ruptures à 92 N non pas aléatoirement mais par ordre croissant (figure III.34, "avec ajout croissant"). La réponse obtenue est alors plus proche de celle générée par la modélisation des effets dynamiques par amplification de contraintes, avec une densité de ruptures de fibre qui augmente moins rapidement et donc un module tangent plus important.

Il est donc nécessaire que ce caractère aléatoire soit présent dans la simulation des effets dynamiques. Contrairement à l'évolution de l'endommagement en statique, le déclenchement de rupture en dynamique doit être indépendant des contraintes locales à rupture.

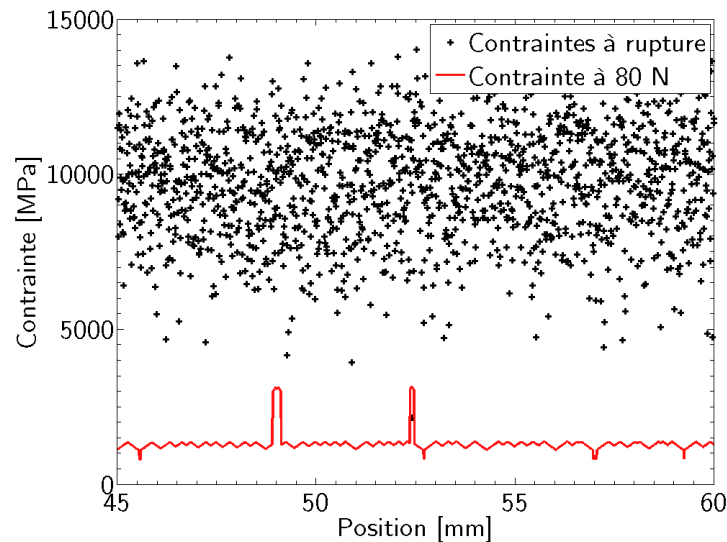
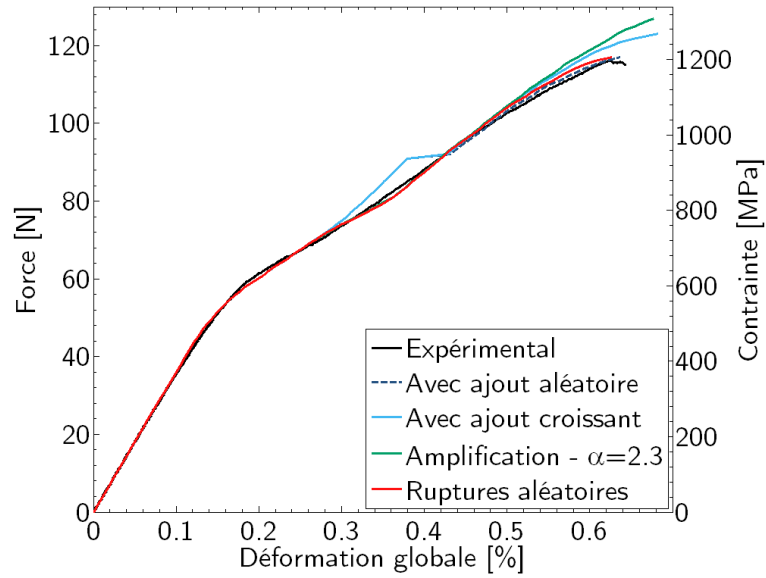


Figure III.33 – Déclenchement d'une rupture de fibre par amplification de contrainte

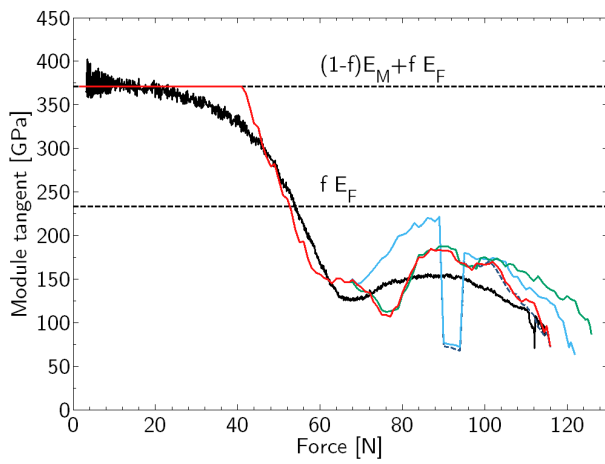
Le modèle finalement retenu pour simuler les effets dynamiques conserve les notions de palier de propagation et de zone de localisation des effets dynamiques autour des fissures (paramètres inchangés). Par contre, les ruptures induites par les effets dynamiques sont choisies totalement aléatoirement. Une rupture au minimum est créée par propagation, le nombre de ruptures maximal généré est lui aléatoire.

Dès que le palier de propagation d'une fissure est atteint, une rupture est positionnée aléatoirement (suivant une répartition uniforme) sur une fibre elle aussi choisie aléatoirement dans la zone de localisation. Un tirage aléatoire d'une variable valant 0 ou 1 est effectué à l'issue de chaque rupture générée par effet dynamique. Tant que cette variable vaut 1, une nouvelle rupture est placée.

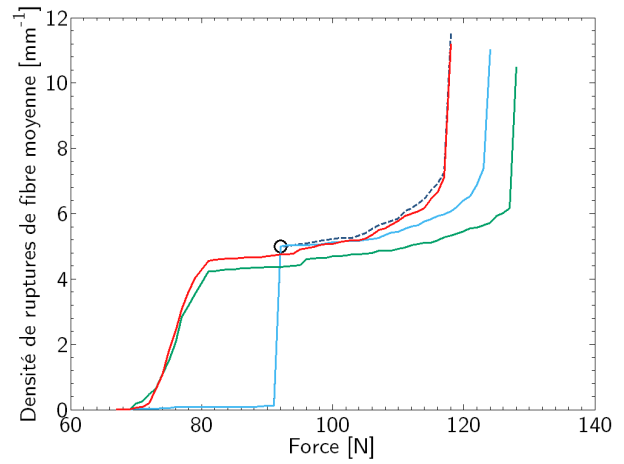
Comme le présente la figure III.34, l'amélioration apportée par cette dernière modélisation ("ruptures aléatoire") est significative. Elle permet d'obtenir une réponse similaire au modèle sans effets dynamiques mais avec ajout aléatoire des ruptures de fibre manquantes, aussi bien pour la réponse macroscopique que pour les densités de ruptures de fibre. *Nous confirmons bien ici que la validation du modèle du point de vue macroscopique est indissociable de la validation microscopique.*



(a) Courbe contrainte/déformation



(b) Evolution du module tangent



(c) Evolution des densités moyennes de ruptures de fibre

Figure III.34 – Influence de l'ordre d'activation des contraintes à rupture des fibres ($\tau=0.4$ MPa, $L_0=75$ mm)

Remarque

Le modèle par dichotomie n'étant pas adapté pour l'ajout des effets dynamiques, l'influence du pas de chargement est mise en évidence en le réduisant suffisamment pour n'omettre aucune fissure (de $\Delta F=1$ N à $\Delta F=0,1$ N). On montre alors en figure III.35 que la prise en compte des effets dynamiques rend le modèle plus sensible à l'incrément de chargement. Pour un même tirage de contrainte à rupture, l'impact sur le modèle avec ajout aléatoire des ruptures de fibre (sans effets dynamiques) est indétectable puisque seulement quelques fissures sont manquantes. La prise en compte des effets dynamiques rend l'apparition des premières ruptures de fibres complètement dépendante de l'état de fissuration. L'impact du pas de chargement qui est faible pour la fissuration est plus prononcé pour la suite du comportement incluant les ruptures de fibre. La différence reste cependant relativement faible. Compte-tenu des temps de calculs et de post-traitements importants avec un pas de 0,1 N par rapport à la précision gagnée, l'analyse du modèle est effectuée pour un pas $\Delta F=1$ N.

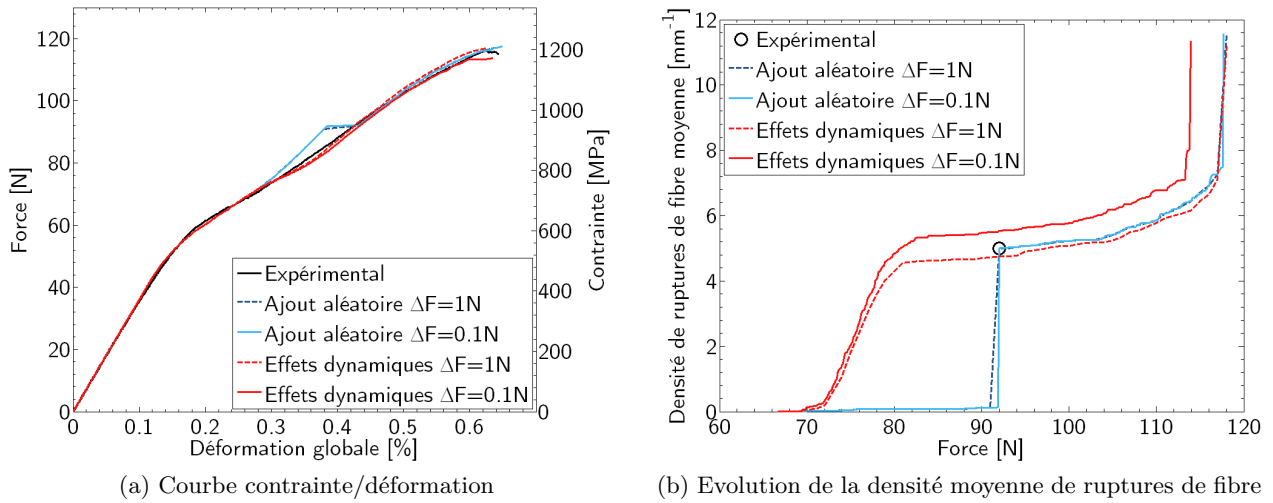


Figure III.35 – Effet de la discrétisation en chargement sur le modèle)

III.4 SYNTHÈSE : VALIDATION MULTI-ÉCHELLE ET LIMITES DU MODÈLE FINAL

Un modèle unidirectionnel d'endommagement complet est proposé dans ce chapitre, intégrant fissures matricielles et ruptures de fibre jusqu'à la rupture ultime du minicomposite. Des paramètres interfaciaux, distincts pour les deux phénomènes d'endommagement ont été identifiés, de façon à reproduire au mieux la réponse macroscopique du minicomposite, mais aussi les grandeurs microscopiques caractérisant l'endommagement. La démarche complète d'identification montre de plus la nécessité d'introduire un nouveau phénomène pour prévoir le bon comportement aux chargements élevés. Nous proposons donc d'intégrer des effets dynamiques par ruptures aléatoires de fibre dues à la propagation des fissures matricielles. Tous les résultats du modèle retenu, implémenté par incrément de charge constant de 1 N, sont rassemblés et comparés aux résultats expérimentaux obtenus à l'échelle macroscopique et à l'échelle microscopique dans le chapitre précédent. Les paramètres utilisés sont rappelés au tableau III.5.

Paramètre	Matrice		Fibres	
Fraction volumique	f_M	0.34	$f_F = f$	0.66
Section totale [mm ²]	S_M	0.033	S_F	0.064
Nombre	-	-	N	500
Rayon [μm]	-	-	R_F	6.4
Module de Young [GPa]	E_M	404	E_F	354
Contrainte de cisaillement interfacial [MPa]	τ_M	2.5	τ_F	0.4
Saut de contrainte [MPa]	γ	250	-	-
Module de Weibull	m_M	4.6	m_F	6.3
Paramètre d'échelle [MPa] ($V_0=1 \text{ mm}^3$)	σ_{0M}	278	σ_{0F}	1217

Tableau III.5 – Paramètres utilisés pour l'identification de la partie fissuration matricielle

III.4.1 Validation macroscopique

Dix simulations ont été effectuées à partir de tirages de contraintes à rupture sur des longueurs de 75 mm (pas d'échantillonnage $\Delta X=10 \text{ μm}$). Les résultats macroscopiques pour chaque simulation et pour le comportement moyen sont rapportés sur la figure III.36. Le modèle décrit correctement les quatre phases principales de la courbe de traction, à savoir :

- la phase élastique ;
- la première zone non-linéaire linéaire due à la fissuration matricielle massive (entre 50 N et 70 N environ) ;
- la reprise partielle par les fibres qui commencent à rompre à partir de 70 N environ (bonne description de la chute importante du module tangent) ;
- la rupture ultime du minicomposite (entre 115 N et 120 N environ).

La dispersion obtenue d'un tirage à l'autre est cependant plus faible que celle observée expérimentalement (notamment en ce qui concerne les contraintes à rupture). Cette faible dispersion est due en partie à l'hypothèse de section invariante le long du minicomposite et d'une simulation à l'autre, ainsi qu'à la longueur importante utilisée pour chaque simulation. Notons également que la légère sous-

estimation du module tangent vers 80 N est certainement due au choix de la distribution statistique des paliers de propagation des fissures matricielles, et à la séquence d'apparition des ruptures de fibre par effets dynamiques (chaque rupture engendrée à 50% de chance d'en générer une suivante, avec au moins une rupture créée par propagation de fissure, quel que soit le chargement considéré).

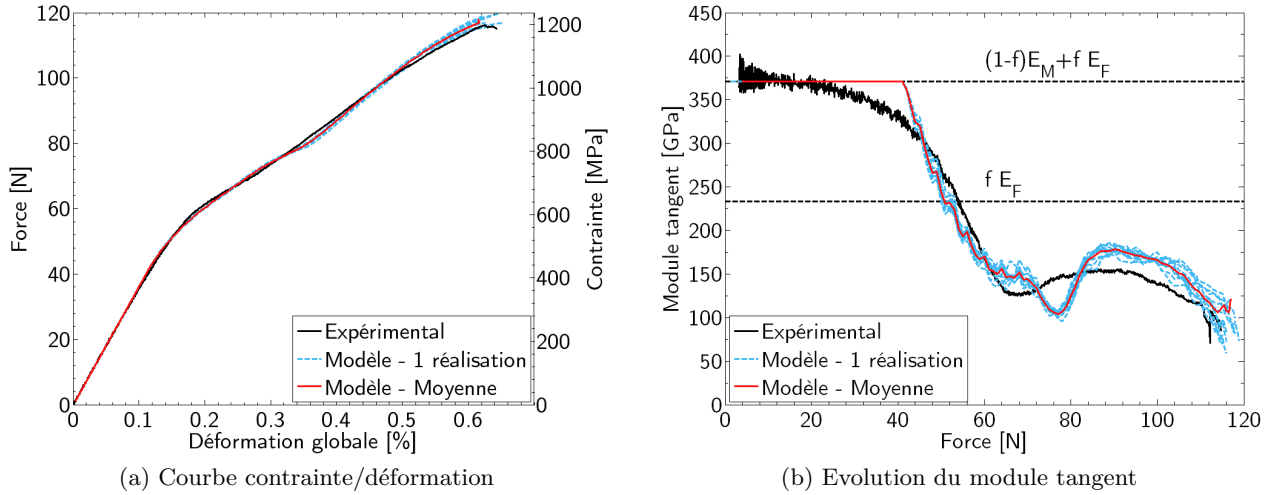


Figure III.36 – Confrontation du modèle final au comportement macroscopique expérimental (dix réalisations, $L_0=75$ mm)

III.4.2 Validation microscopique

Le modèle s'appuie sur la description de chaque fissure et de chaque rupture de fibre, qui sont donc caractérisables par des grandeurs telles que les pas de fissuration, les ouvertures (de fissure et de fibre) et les densités de rupture. Les résultats obtenus à l'échelle microscopique peuvent donc être comparés aux observations effectuées sous MEB et en tomographie (présentées dans le chapitre II).

III.4.2.1 Fissuration matricielle

Les conclusions concernant la fissuration matricielle sont identiques à celle présentées §III.2.5, cette étape n'étant finalement que très peu affectée par les ruptures de fibre. En effet, même lorsqu'elles apparaissent prématurément à partir de 70 N (effets dynamiques), la majorité des fissures sont déjà apparues.

L'état de fissuration à saturation (pas moyen de fissuration et longueurs de fragments, voir figure III.37) obtenu par le modèle correspond aux observations in-situ et post-mortem. La dispersion est encore trop réduite, notamment en ce qui concerne la cinétique d'apparition des fissures, mettant en cause une fois encore la longueur de l'échantillon simulé (les résultats présentés §III.2.5 sur les longueurs de 25 mm sont plus dispersés).

De même, les ouvertures simulées (ici présentées pour un tirage en figure III.37) correspondent aux valeurs mesurées jusqu'à 90 N sous MEB. Le modèle nous permet par contre de prévoir les ouvertures au delà des observations expérimentales et montre que les fissures s'ouvrent relativement moins vite à partir de l'apparition d'un nombre important de ruptures de fibre (à partir de 80 N environ).

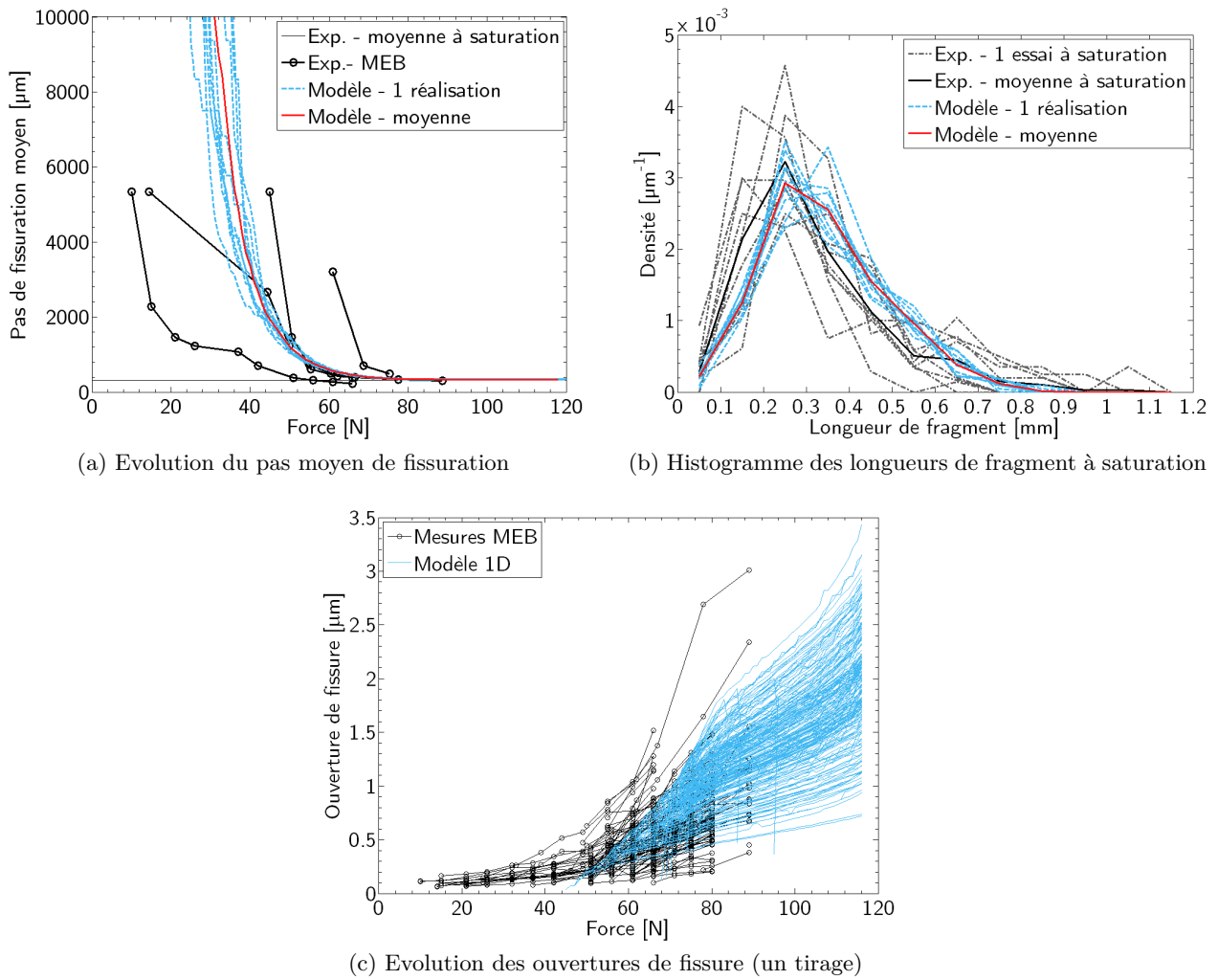


Figure III.37 – Confrontation du modèle final aux données expérimentales sur la fissuration matricielle

Un modèle d'évolution linéaire des ouvertures en fonction de la force (après saturation de la fissuration matricielle) avait été proposé lors de l'analyse des mesures in-situ MEB (chapitre II §II.3.2.3, équation (II.5)). La dépendance linéaire des coefficients (α et β , figure III.38) de cette droite à la distance moyenne de chaque fissure à ses proches voisines permet de mettre en évidence l'effet d'écrantage sur les ouvertures. Une fissure s'ouvre d'autant plus et plus vite que ses voisines sont éloignées. L'estimation de ces coefficients pour les ouvertures issues du modèle 1D (régression linéaire effectuée à partir de 90 N) sont présentés sur la figure III.38 et correspondent aux résultats expérimentaux.

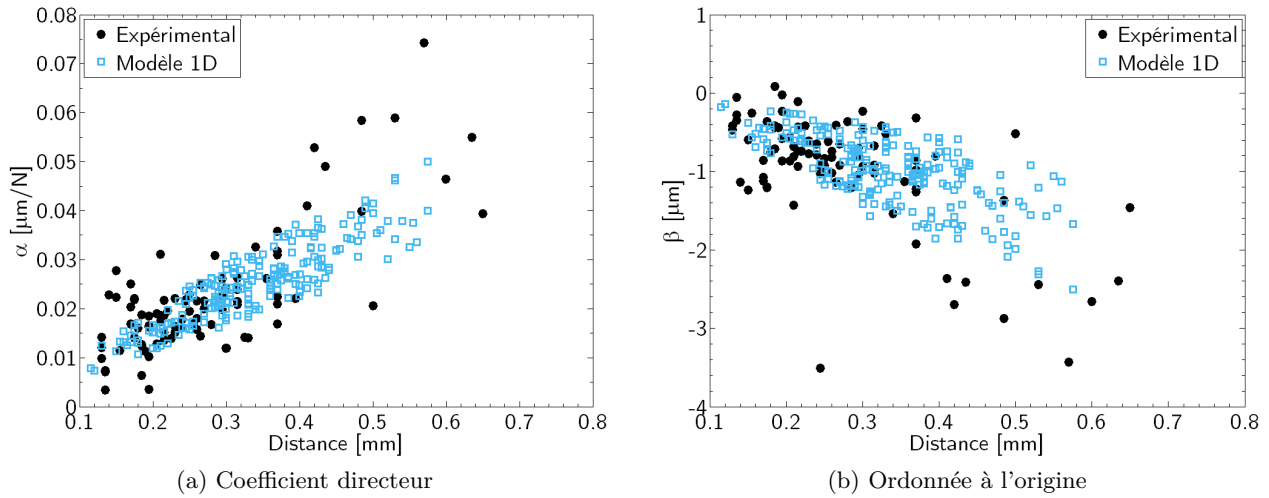


Figure III.38 – Confrontation des coefficients du modèle linéaire des ouvertures de fissures en fonction de la force (un tirage) aux coefficients déterminés lors des mesures MEB

Le modèle 1D proposé permet donc de rendre compte des ordres de grandeurs des ouvertures de fissure, mais également du phénomène d'écrantage.

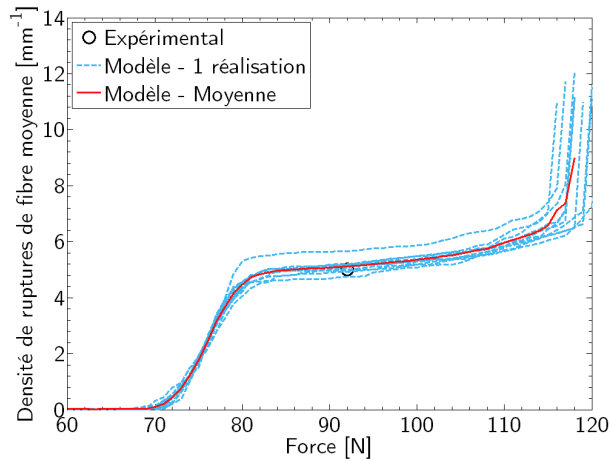
III.4.2.2 Ruptures de fibre

Concernant les ruptures de fibre, la démarche d'identification a montré qu'il est nécessaire de distinguer les contraintes de cisaillement interfaciales associées aux fissures et aux ruptures de fibre. Il a fallu diminuer τ_F mais aussi générer des ruptures de fibre relativement tôt pour obtenir un comportement à rupture cohérent avec les observations. Ces ruptures prématurées, réparties aléatoirement concordent avec les observations tomographiques à 92 N.

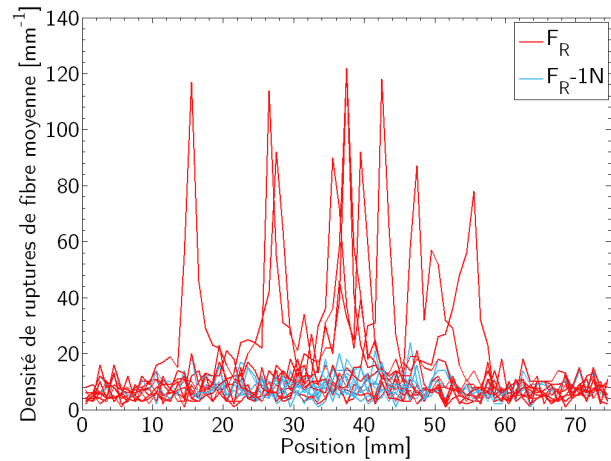
L'évolution de la densité de ruptures en fonction du chargement et en fonction de la position sur l'échantillon (figure III.39) permet de discuter le scénario proposé suite aux observations tomographiques. En effet, si la densité augmente rapidement autour de 80 N (effets dynamiques), elle n'évolue que très lentement jusqu'au chargement correspondant à la rupture ultime. Les ruptures sont également réparties de manière homogène le long du minicomposite, pour ne finalement se localiser autour de la zone de rupture qu'au dernier palier de chargement. En d'autres termes, les fissures sont réparties de manière homogène jusqu'à ce que se déclenchent des ruptures en cascade dans une zone plus faible, menant à la rupture ultime du minicomposite. De plus, même si la répartition reste globalement homogène jusqu'à la rupture, il semble qu'une zone préférentielle (figure III.39c) se dessine avant la localisation finale.

Ces observations correspondent au scénario envisagé suite aux observations tomographiques, qui

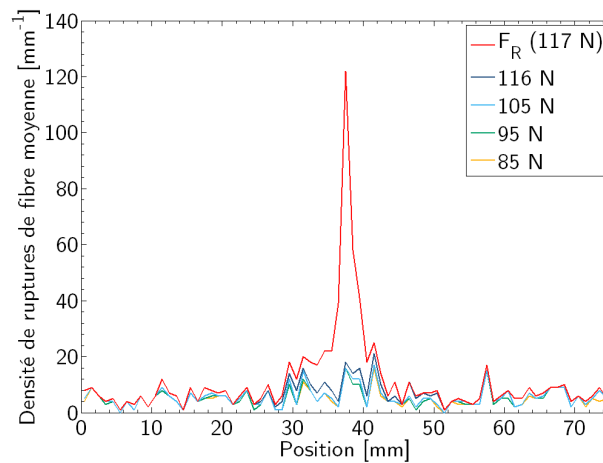
mettent également en évidence une localisation des ruptures de fibres (observée post-mortem) autour de la zone de rupture. Le développement d'une zone de localisation au moment de la rupture dans une région statistiquement plus faible est également mise en évidence par CURTIN et PHOENIX et al [Cur93a, Cur93c, Pho97].



(a) Evolution de la densité moyenne de ruptures de fibre en fonction du chargement



(b) Mise en évidence de la localisation des ruptures de fibres au palier de chargement menant à la rupture (F_R)



(c) Densité moyenne de ruptures de fibre en fonction à différents niveaux de chargement (un tirage)

Figure III.39 – Confrontation du modèle final aux données expérimentales sur les ruptures de fibre

III.4.3 Limitations

Si la modélisation de la fissuration matricielle ne soulève pas de problème particulier lors de la validation microscopique, il existe quelques limitations concernant les ruptures de fibre. Il est en effet nécessaire d'utiliser une contrainte de cisaillement interfacial très faible ($\tau_F=0,4$ MPa) responsable de plusieurs incohérences :

- Les importants effets de bords induits sont responsables d'un effet de longueur non négligeable et nécessite l'utilisation de longueurs simulées bien supérieures aux longueurs sollicitées expérimentalement.
- Les ouvertures de rupture de fibre prévues par le modèle (calculées de la même manière que pour une fissure, sur toute la longueur de décohesion autour de la rupture, voir équation (III.32)) sont bien supérieures aux ouvertures mesurées sur la radiographie effectuée à 92 N (figure III.40).
- La longueur moyenne de déchaussement des fibres, distance moyenne entre la fissure ultime et la rupture de fibre la plus proche, est estimée à environ 5 mm, alors que les longueurs extraites expérimentalement ne dépassent pas quelques centaines de micromètres.
- Enfin, le modèle prévoit 850 à 900 ruptures de fibre à la rupture, alors que si l'on extrapole¹ les densités mesurées post-mortem par radiographie, environ 1200 ruptures sont attendues. Notons qu'il est possible que cette estimation contiennent des ruptures issues d'effets dynamiques lors de la rupture ultime (ruptures doubles ou triples observées sur les radiographies), non prises en compte par le modèle.

Tous ces éléments pointent une sur-estimation de la longueur de reprise de charge par une fibre lorsqu'elle est rompue. Il s'agit cependant du seul moyen à notre disposition pour avoir une bonne reproduction du comportement moyennant une modélisation aussi simple.

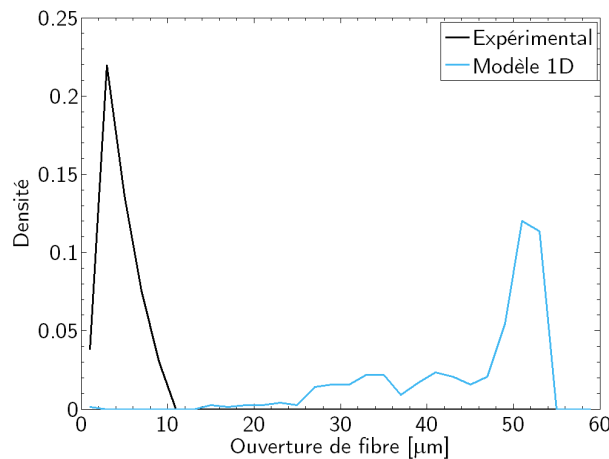


Figure III.40 – Comparaison des ouvertures de ruptures de fibre à 92 N (1 tirage) aux mesures effectuées en tomographie

1. Seulement un côté de la zone de rupture a été observé sur une éprouvette moins longue que le composite simulé. Nous faisons donc l'hypothèse, pour dénombrer le nombre total de ruptures sur une longueur équivalente, que la zone de localisation observée est symétrique de part et d'autre de la zone de rupture, et que la densité loin de cette zone est constante. 500 ruptures de fibre extrêmes sont également prises en compte.

III.4.4 Résumé

- Le modèle présenté permet donc de décrire le comportement macroscopique du minicomposite en partant des distributions de contraintes à rupture évaluées expérimentalement (pour les fibres et la matrice), tout en respectant la description des phénomènes d'endommagement à l'échelle microscopique.
- Unidirectionnel, ce modèle présente également l'avantage de représenter les phénomènes d'endommagement de manière simple (contrainte de cisaillement interfacial constante).
- De plus, il est possible d'identifier des paramètres interfaciaux en utilisant des modèles classiques (il est néanmoins nécessaire d'utiliser deux paramètres alors qu'un seul l'est généralement) et d'obtenir de bonnes prévisions des pas de fissuration et des ouvertures de fissures.
- En ce qui concerne les ruptures de fibres, il est nécessaire d'apporter des modifications aux hypothèses classiques pour obtenir un comportement à rupture correct, mais également d'introduire des ruptures de fibre prématurément. Si le modèle final donne de bons résultats d'un point de vue macroscopique et sur un certain nombre d'aspects microscopiques, il est à signaler que les longueurs de décohésion associées aux ruptures de fibre sont sur-estimées.

Conclusion générale et perspectives

CONCLUSIONS

L'utilisation potentielle de composites SiC/SiC comme matériau de gainage dans des réacteurs nucléaires du futur nécessite de comprendre et prévoir leur comportement mécanique complexe, mêlant endommagement et forte anisotropie initiale et induite par l'endommagement. Ce comportement est intimement lié, en plus des propriétés intrinsèques des constituants, à une microstructure et des mécanismes d'endommagement de nature multi-échelle, et requiert donc une approche de même nature. Les travaux présentés se limitent à l'étude du premier changement d'échelle : de l'échelle des constituants élémentaires (fibres, matrice, interphase, porosité) à celle du toron. Le choix d'une approche micromécanique est alors motivé par l'objectif principal qui vise à prévoir le comportement macroscopique du toron en tenant compte de sa microstructure hétérogène ainsi que des mécanismes d'endommagement présents à cette échelle (fissuration intra-fil, décohésions fibre/matrice, ruptures de fibre).

Une telle approche est appliquée pour modéliser le comportement élastique anisotrope du toron et son endommagement (pour une sollicitation longitudinale). Le développement de modèles micromécaniques nécessite une caractérisation expérimentale de la microstructure et des phénomènes d'endommagement afin de nourrir et de valider la modélisation. Des analyses expérimentales ont donc été menées :

1. Une caractérisation détaillée de la microstructure du toron au sein du composite tissé a été proposée à partir d'images MEB. L'utilisation de descripteurs statistiques permet de caractériser l'arrangement des fibres pour compléter les mesures classiques de fractions surfaciques. Les distributions de tailles de pore sont également discutées.

Une forte hétérogénéité de la microstructure au sein d'un toron, et d'un toron à l'autre, est ainsi mise en évidence. En effet, la caractérisation d'un toron n'est pas suffisante pour avoir une description représentative de la microstructure, que la population considérée soit celle des fibres (qui présentent une fraction surfacique relativement élevée) ou celle des pores résiduels.

2. La caractérisation des mécanismes d'endommagement (effectuée sur minicomposites) a nécessité le développement d'essais in-situ originaux, et complémentaires, en plus des caractérisations macroscopiques et post-mortem classiques. Si les essais in-situ en MEB permettent de caractériser de manière statistique les positions et ouvertures des fissures matricielles grâce au suivi d'un grand nombre d'événements, l'analyse des images tomographiques (grâce à une procédure de détection spécifique) à différents niveaux de chargement permet d'étudier leur morphologie et leur propagation au sein du minicomposite. Les densités de ruptures de fibre sont quant à elles caractérisées par l'intermédiaire de radiographies (à un niveau de chargement et post-mortem).

En plus de caractériser la cinétique d'apparition des fissures matricielles, nous mettons en évidence l'effet d'écrantage sur leur ouverture. Nous observons des ouvertures de fissure assez dispersées, conséquence de cet effet, combiné à des distances inter-fissures hétérogènes. Nous montrons de plus pour la première fois que ces fissures se propagent, de manière discontinue, sur la périphérie puis vers le centre de la section en suivant généralement une forme hélicoïdale. Quant aux ruptures de fibre, certaines sont présentes dès la fin de la fissuration matricielle massive, réparties de manière uniforme le long du minicomposite, de préférence dans des zones de fissuration matricielle. L'observation de plus d'une rupture par fibre montre en outre l'existence d'une reprise de charge des fibres rompues. Enfin, une localisation est constatée post-mortem autour de la zone de rupture ultime.

Ces résultats fournissent non seulement des informations pour mieux connaître le matériau mais permettent aussi d'alimenter et/ou valider des modèles micromécaniques. Deux modélisations sont ensuite construites pour simuler le comportement mécanique du toron en tenant compte des hétérogénéités de microstructure pour le comportement élastique anisotrope (1.), et des mécanismes locaux d'endommagement pour le comportement endommageable sous une sollicitation axiale (2.) :

1. Un procédé de génération aléatoire des centres de fibre, reposant sur un algorithme de réarrangement de particules, est mis en place pour simuler un grand nombre de volumes élémentaires de tailles distinctes. La matrice est supposée avoir une épaisseur constante, identifiée pour obtenir la fraction de porosité moyenne observée expérimentalement. Le comportement apparent de chaque volume est évalué par éléments finis (homogénéisation numérique), pour trois types de conditions aux limites adaptées à des maillages non périodiques et présentant une porosité débouchante.

La confrontation des descripteurs microstructuraux aux observations expérimentales montre l'aptitude du modèle à construire une microstructure virtuelle représentative de la microstructure réelle, tant du point de vue de la répartition des fibres que de la porosité. Chaque VE intègre alors une part de l'hétérogénéité de la microstructure du toron.

2. L'endommagement longitudinal du minicomposite est simulé par un modèle 1D statistique qui utilise les notions classiques de distribution aléatoire des contraintes à rupture, de transfert de charge selon une contrainte de cisaillement interfacial constante, pour l'endommagement de la matrice et des fibres, et une redistribution globale du chargement lors de la rupture des fibres. En plus de pouvoir simuler la coexistence de fissures matricielles et de ruptures de fibre en limitant les approximations, ce modèle numérique permet d'accéder à la courbe de comportement macroscopique du minicomposite mais aussi aux évolutions des phénomènes d'endommagement microscopiques.

La démarche d'identification repose sur l'ajustement des paramètres interfaciaux (contrainte de cisaillement interfacial et énergie de décohésion) pour obtenir, en plus du comportement macroscopique, des ouvertures de fissure, distributions de longueurs de fragment matriciel et densités de ruptures de fibres en accord avec les observations expérimentales.

Ainsi, les deux modélisations présentées reposent sur un dialogue étroit avec la caractérisation microstructurale, décrivant la répartition des constituants, et les mécanismes d'endommagement. Du point de vue de la représentation du comportement mécanique, les deux modèles présentés mènent aux conclusions suivantes :

1. L'étude du *comportement élastique* du toron par homogénéisation numérique d'une microstructure virtuelle permet de discuter la notion de VER mécanique en mettant en évidence des fluctuations importantes du comportement apparent, même pour des VE de taille importante par rapport à celle du toron. Ce point met en évidence un problème de séparabilité des échelles et soulève la question de l'utilisation d'un comportement homogène équivalent pour le toron. Cette question n'a toutefois pas été traitée et demeure ouverte. L'estimation du comportement équivalent permet cependant de mettre en évidence l'impact important d'une augmentation de la fraction de porosité (correspondant à une faible variation de l'épaisseur de matrice) sur le comportement transverse avec (i) une accentuation des fluctuations des comportements apparents, (ii) une chute importante des propriétés élastiques transverses du comportement homogène équivalent du toron, et donc un renforcement de l'anisotropie, (iii) et une augmentation significative des concentrations de contrainte locale. En outre, nous mettons en évidence la relation étroite entre ces effets et la morphologie des pores résiduels issus de l'infiltration de la matrice. Cette étude montre donc qu'une attention particulière doit être portée à la qualité du procédé CVI lors de l'élaboration du matériau, afin de limiter les effets néfastes d'une porosité trop importante sur le comportement transverse de toron.
2. Le modèle d'*endommagement longitudinal* permet de reproduire le début du comportement macroscopique du minicomposite (qui correspond à la fissuration matricielle) en partant des distributions de contraintes à rupture et propriétés élastiques évaluées expérimentalement, tout en déterminant des ouvertures de fissure et des pas de fissuration cohérents avec la caractérisation expérimentale. La fin du comportement correspondant aux ruptures de fibre est mal reproduite par le modèle. Afin d'améliorer cette confrontation (comportement macroscopique *et* densité de ruptures de fibre), il a été proposé d'introduire une dissymétrie de la contrainte interfaciale ainsi qu'une apparition précoce des ruptures de fibre. Si ces modifications sont responsables d'une sur-estimation des longueurs de décohésion, elles permettent de reproduire un comportement à rupture correct ainsi que la localisation des ruptures de fibre.

PERSPECTIVES

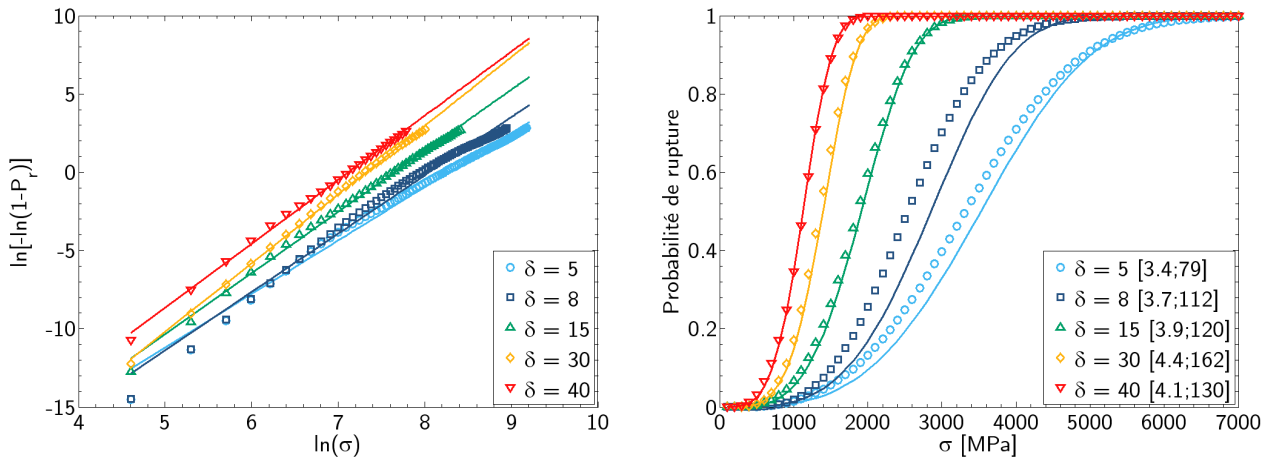
Certains aspects auront besoin d'être approfondis pour pouvoir définitivement conclure sur l'évolution de l'endommagement longitudinal, en particulier concernant les ruptures de fibre. Ayant montré que l'analyse de radiographies était suffisante pour repérer les ruptures de fibre, il serait intéressant de réaliser des essais in-situ sur minicomposite avec acquisition de radiographies pour de nombreux niveaux de chargement. Ce type d'essai, relativement léger en temps de faisceau, permettrait d'étudier plus finement la cinétique d'apparition des ruptures. Il permettrait alors de confirmer les ruptures précoces observées ici et leur lien avec la fissuration matricielle mais aussi de mettre en évidence (ou non) un phénomène de localisation des ruptures de fibre donnant naissance à la rupture finale. Des modifications définitives du modèle 1D (telles qu'une modélisation plus complexe du transfert de charge, actuellement linéaire, pour les ruptures de fibres, ou l'intégration d'effets dynamiques), si elles sont nécessaires, ne pourront être envisagées qu'avec ces informations complémentaires.

Il pourrait être envisagé, dans une autre mesure, d'intégrer la propagation des fissures matricielles dans la modélisation de l'endommagement. Dans un premier temps, le caractère 1D du modèle pourrait être conservé en simulant une zone périphérique et une zone à cœur distincte, dont la matrice pourrait rompre à des niveaux de chargement également distincts. Mais, comme nous l'avons évoqué au chapitre III, la proportion de matrice à cœur étant faible, le gain en précision de la reproduction de l'évolution de la fissuration matricielle, qui est déjà relativement bien décrite, risque d'être faible. Des améliorations plus simples à mettre à œuvre, comme l'introduction de variation de la microstructure dans la direction des fibres, sont peut-être à privilégier. Tenir compte d'une variabilité de la section de matrice par exemple devrait permettre au modèle de rendre compte d'une dispersion des réponses, aux échelles macroscopiques et microscopiques, plus proches des dispersions observées expérimentalement. Il serait également intéressant d'étudier la sensibilité du comportement endommageable à certaines caractéristiques microstructurales comme la fraction de matrice (liée à la fraction de porosité). Il est par contre possible qu'une telle étude nécessite une nouvelle identification des paramètres interfaciaux, et donc les caractérisations expérimentales correspondantes. Enfin, la prise en compte du comportement du minicomposite endommagé à la décharge est indispensable pour réaliser un modèle complet du comportement endommageable.

Si l'on se replace dans le cadre plus globale de l'approche multi-échelle, la pertinence qu'une description fine des fluctuations du comportement mécanique, qu'il soit élastique ou endommageable, à l'échelle du toron ne pourra être évaluée qu'en intégrant ces résultats à l'échelle supérieure du composite tissé. Il faudra par exemple étudier l'impact des fluctuations du comportement élastique apparent du toron sur les hétérogénéités que présentera le comportement élastique à l'échelle du tissage (mises en évidence notamment à partir d'images tomographiques [Gel10]). Les outils de génération de microstructure mis en place pourraient également permettre d'optimiser certains paramètres microstructuraux (la fraction de porosité notamment) pour que le comportement du toron ne soit pas trop néfaste pour le comportement du composite, tout en conservant des conditions de fabrication acceptables. Enfin, le passage à l'échelle supérieure nécessitera bien sûr d'approfondir des caractérisations expérimentales de la microstructure (arrangements des torons et des plis, description de la macroporosité) et des phénomènes d'endommagement dans le composite tissé. Ces observations dépendront également de la structure étudiée (plaques ou tubes).

Un modèle d'endommagement de composite tissé doit également pouvoir rendre compte des interactions entre endommagement longitudinal et endommagement transverse. Il est donc nécessaire que la modélisation à l'échelle du toron traite également l'endommagement (fissuration de la matrice) soumis à une sollicitation transverse. Nous pouvons citer à ce sujet les récents travaux de PINEAU [Pin10] qui propose une homogénéisation des fils transverses endommageables à partir d'une analyse statistique de la distribution des défauts dans la microstructure.

Nous proposons ici, dans la suite des travaux effectués sur le comportement élastique, de post-traiter les champs de contrainte locale calculés pour chaque VES pour une sollicitation transverse et en tenant compte des propriétés à rupture de la matrice. Une probabilité de rupture suivant la statistique de Weibull peut ainsi être évaluée pour chaque VES à partir des champs de contrainte locale matricielle et des paramètres de Weibull de la matrice. Nous pouvons ainsi déterminer, en calculant les probabilités de rupture pour différentes contraintes macroscopiques, les fonctions de répartition *moyennes* de la probabilité à rupture pour chaque taille de VES, dans le but d'identifier un modèle de Weibull pour le toron transverse. De premières études montrent (voir figure ci-dessous) que les fonctions de répartition moyennes pour les VES les plus petits ne suivent pas strictement une loi de Weibull. Il est néanmoins possible d'identifier un modèle de Weibull en considérant des VES de taille 4 ou 5 ($\delta = 30$ ou 40). Ces résultats devraient de plus permettre de discuter la notion de VER non plus du point de vue du comportement élastique mais du comportement à rupture.



(a) Identification sur la forme logarithmique de la probabilité à rupture de Weibull P_r

(b) Fonctions de répartition

Figure – Identification d'une distribution de Weibull sur les probabilités à rupture moyennes pour les différentes tailles de VES (les paramètres $[m; \sigma_0]$ identifiés pour chaque taille sont précisés dans la légende, avec $V_0 = 1 \text{ mm}^3$ et σ_0 en MPa). Les symboles désignent les probabilités moyennes de rupture calculées à partir des champs locaux, les traits pleins correspondent à la distribution de Weibull identifiée.

Annexes

Sommaire

A	Notions d'analyse d'image	166
A.1	Définitions des opérations de base	166
A.2	Procédés utilisés pour extraire les fibres et les pores	167
B	Images des six torons caractérisés en microscopie électronique à balayage	170
B.1	Images MEB	170
B.2	Zones d'analyse	171
B.3	Extraction des fibres	172
B.4	Extraction des pores	173
C	Sensibilité au maillage	174
D	Evaluation de l'ouverture de fissure par corrélation 3D	176
D.1	Définitions et sélection des points de corrélation	176
D.2	Points de corrélation inférieurs et supérieurs liés	178
D.3	Points de corrélation inférieurs et supérieurs indépendants	180
E	Coefficients du modèle de HUTCHINSON et JENSEN	183

A NOTIONS D'ANALYSE D'IMAGE

Cette annexe présente les procédés d'analyse d'image utilisés pour caractériser la microstructure du toron chapitre 1 §I.1.1. Les procédures mises en place pour extraire les fibres et la porosité des images MEB sont également détaillées.

A.1 Définitions des opérations de base

Afin d'extraire des informations quantitatives d'une image, plusieurs transformations de base en morphologie mathématique doivent être appliquées. Les transformations présentées ci-dessous (et développées notamment par COSTER et al. [Cos89]) sont des transformations en tout ou rien par un élément structurant. L'élément structurant (noté B) est un élément de géométrie connue, qui est déplacé de façon que son origine passe par toutes les positions de l'espace (ou de l'image). Pour chaque position, une question relative à l'union, l'intersection ou l'inclusion de l'élément avec ou dans l'objet à caractériser (noté X). L'image transformée correspond alors à l'ensemble des réponses positives.

- **Erosion**

La transformation par érosion (notée $E^B(X)$) correspond à l'ensemble des positions pour lesquelles B est totalement inclus dans X (Figure A.1a).

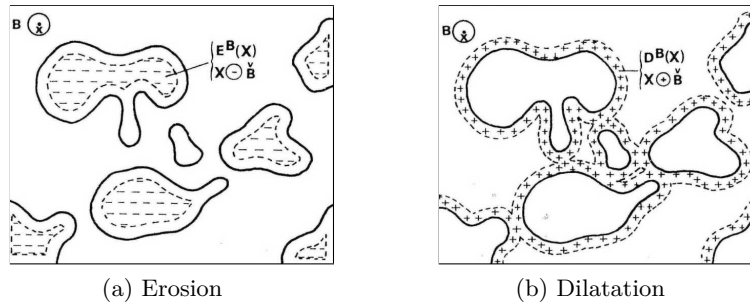


Figure A.1 – Erosion et dilatation d'un ensemble d'objets par un élément structurant circulaire [Cos89]

- **Dilatation**

L'opération de dilatation (notée $D^B(X)$) correspond à l'ensemble des positions pour lesquelles l'intersection entre B et X est non vide (Figure A.1b).

- **Ouverture**

La transformation par ouverture ($O^B(X)$) est composée d'une érosion par l'élément structurant B , puis d'une dilatation de l'objet obtenu par le transposé du même élément structurant. L'ensemble ouvert créé est plus régulier et moins riche en détails que l'ensemble initial. La transformation par ouverture adoucit les contours (Figure A.2a). Elle permet de faire disparaître les éléments d'une taille inférieure à celle de l'élément structurant et de nettoyer efficacement l'image des points parasites [Sou98].

- **Fermeture**

L'opération de fermeture (notée $F^B(X)$) est constituée d'une dilatation par l'élément structurant B suivie d'une érosion par le même élément. L'ensemble obtenu est alors moins riche en détail que l'ensemble initial. Sur une image binaire, cette transformation permet de rapprocher des points et de combler des trous (Figure A.2b). Les différentes propriétés algébriques de ces

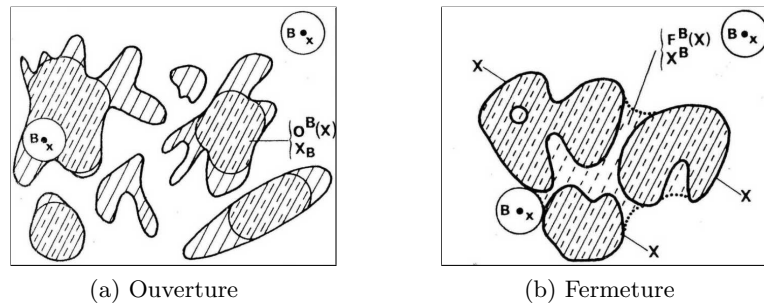


Figure A.2 – Ouverture et fermeture d'un ensemble d'objets par un élément structurant circulaire [Cos89]

opérations sont détaillées dans [Cos89].

Sur les images numériques à niveaux de gris, des opérations peuvent être effectuées point par point de manière à transformer tous les points de l'image. C'est le cas d'opérations simples comme la modification d'histogrammes de niveaux de gris permettant de régler le contraste et la brillance de l'image. Le seuillage et les filtres linéaires par convolutions font également partie de ce type d'opérations.

- **Seuillage**

Cette opération permet de passer d'une image numérique à niveaux de gris à une image binaire (noir et blanc), en ne retenant dans l'image que les points qui ont un niveau de gris supérieur ou inférieur à un seuil donné.

- **Filtre passe-bas uniforme**

Le filtre uniforme est le filtre par convolution le plus simple. Il consiste à remplacer la valeur de chaque point par la valeur moyenne de ses proches voisins. Ce filtre permet d'éliminer les petites fluctuations de l'image et de réduire le bruit. Il peut cependant modifier les petits détails de l'image.

A.2 Procédés utilisés pour extraire les fibres et les pores

La procédure automatique suivante, développée dans le logiciel de traitement d'images IMAGEJ[®], permet d'extraire l'ensemble des fibres de l'image d'un toron en utilisant les opérations de base présentées précédemment (Figure A.3) :

- Un lissage de l'image (*smooth*), où chaque pixel est remplacé par la moyenne des 3x3 pixels voisins. Cette opération permet de limiter le bruit (I) ;
- Une détection de contour (*Find Edge*), qui met en évidence le contour des pores et des fibres (II) ;
- Un second lissage ;
- Une binarisation de l'image après un seuillage de l'image en niveaux de gris (III) (une inversion des couleurs peut être nécessaire pour obtenir les fibres en noir (IV)) ;
- Une analyse de particules qui permet d'extraire toutes les particules d'une certaine aire (généralement inférieure à 500 μm^2) (V) ;
- Une dilatation des particules extraites (pour rattraper la surface perdue avec la détection de

- contour et le seuillage) (VI) ;
- Une séparation des particules “collées” (*watershed*) (VII) ;
- Une dernière analyse de particules, en précisant cette fois un critère de circularité sur les particules à extraire afin de n’obtenir que les fibres (VIII).

Cette dernière analyse de particules permet entre autres d’obtenir, pour chaque fibre, l’aire, les coordonnées du centre et le diamètre de Feret (plus grande distance entre deux droites parallèles et tangentes à la particule).

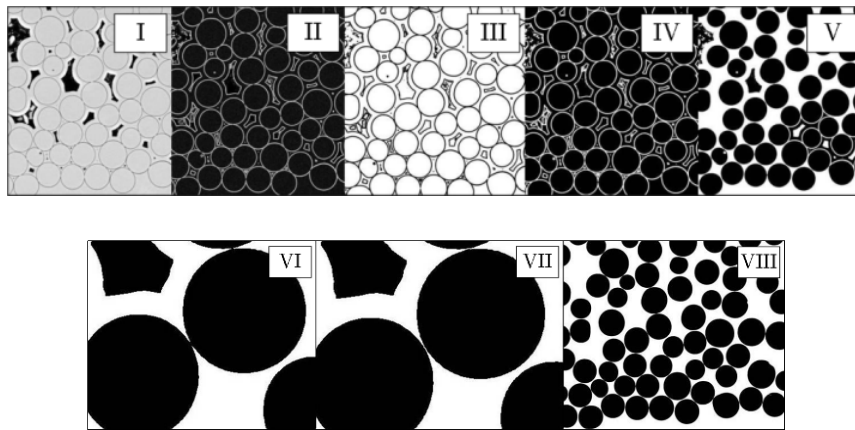


Figure A.3 – Etapes nécessaires à l’extraction des fibres

En ce qui concerne la porosité, l’extraction demande moins d’opérations, les pores étant plus contrastés (Figure A.4) :

- Un lissage de l’image (I) ;
 - Un seuillage permettant de ne faire apparaître que les pores (II) ;
 - Une érosion pour supprimer les pixels isolés restants (III) ;
 - Une dilatation pour revenir à des dimensions correctes (IV) ;
 - Une fermeture pour lisser les imperfections dues à la présence de poussières dans les pores (V) ;
 - Une analyse de particules finale permet d’extraire les pores (après une autre dilatation (VI)).
- L’aire et la position des centres des pores sont sauvegardées.

Si l’extraction de fibres peut se faire automatiquement pour presque toutes les microstructures, l’extraction des pores, à cause notamment de leur forme irrégulière, peut demander quelques retouches manuelles (suppression de particules qui ne sont pas des pores par exemple). Cette procédure a été appliquée à l’extraction de la porosité dans les torons 1 et 3.

Les particules issues de l’extraction des fibres ont une morphologie extrêmement proche des fibres observées sur l’image initiale. En effet, cette morphologie est simple et régulière, et donc peu modifiée par le traitement. En ce qui concerne les pores, la forme globale est respectée, mais les contours très arrondis (notamment pour les très petits pores). Les informations extraites sont cependant suffisantes pour une analyse générale de la taille et de la répartition des pores. Une autre technique d’analyse a été mise au point pour limiter la perte d’information sur la morphologie de cette porosité :

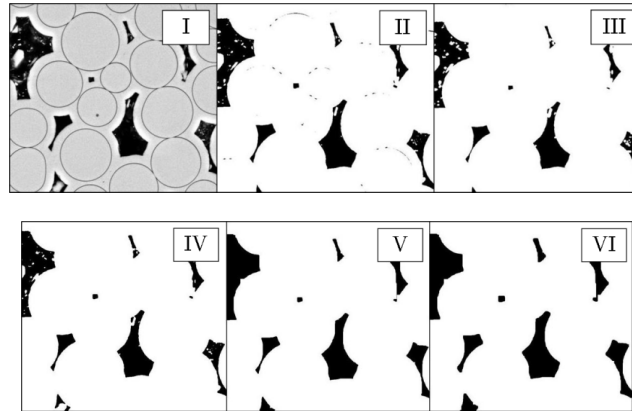
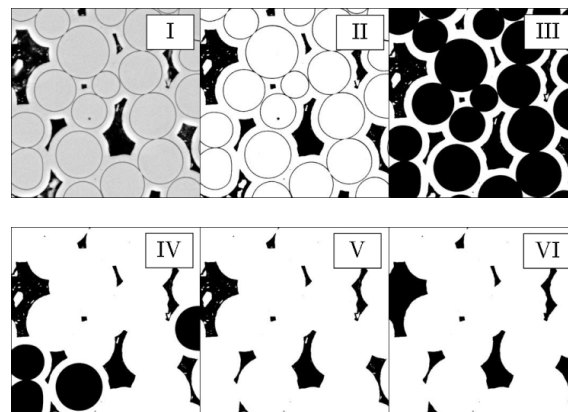


Figure A.4 – Etapes nécessaires à l'extraction de la porosité

- Un lissage de l'image (I) ;
- Un seuillage de l'image qui permet de distinguer les pores et le contour des fibres (II) ;
- L'addition de l'image ne contenant que les fibres (Figure A.5) à la précédente image (III) ;
- Une analyse de particules dont l'élément discriminant est la surface (IV). Ceci permet de supprimer la plupart des fibres, cependant, certaines doivent être effacées manuellement (surface trop faible) (V).
- Une dernière analyse incluant les “trous” (*include holes*) des particules permet d'obtenir la totalité des pores (VI).

Cette procédure, en évitant l'utilisation des opérations de dilatation et d'érosion, permet de mieux observer le contour anguleux des pores. De plus, les pores de très petite taille sont conservés, ce qui n'était pas forcément le cas avec l'utilisation de la première méthode. Cette technique nécessite cependant beaucoup de retouches manuelles, et peut donc être difficilement automatisée. Cette procédure a tout de même été utilisée pour extraire la porosité des torons 2, 4, 5 et 6.

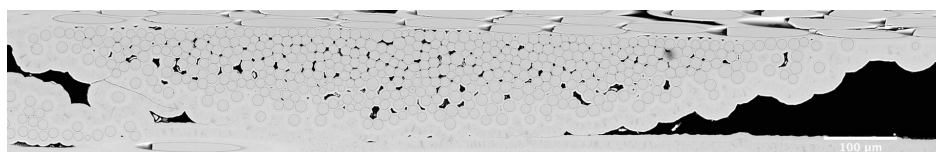
Figure A.5 – Etapes nécessaires à l'extraction de la porosité (2^{ème} méthode)

Le choix de l'une ou l'autre des procédures d'extraction aura seulement un impact sur la proportion de pores de très petite taille, qui sera légèrement plus faible dans le premier cas (procédure automatisée). Les effets sur la fraction de porosité sont négligeables, et les allures de distributions de tailles de pores semblables pour les deux procédures.

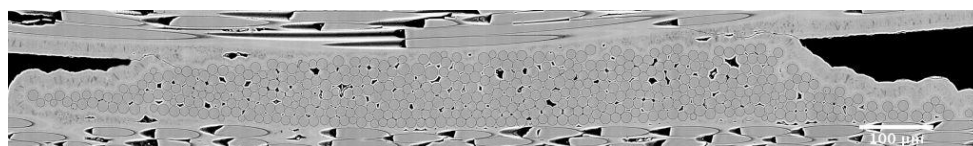
B IMAGES DES SIX TORONS CARACTÉRISÉS EN MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE

Cette annexe rassemble les images des six torons utilisées pour caractérisées les distributions de fibres et de pores chapitre 1 §I.1.1. Pour chaque toron sont présentées l'image MEB sans traitement spécifique, la zone d'étude sur laquelle est effectuée l'analyse d'image et les résultats des extractions de fibres et de la porosité.

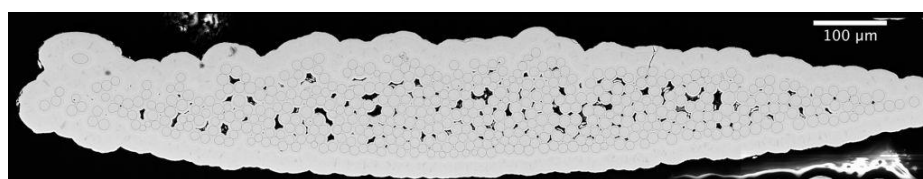
B.1 Images MEB



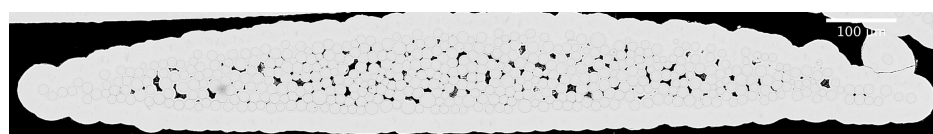
(a) Toron 1



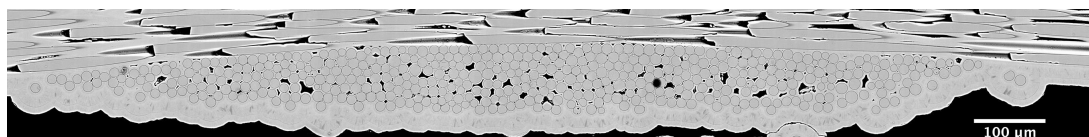
(b) Toron 2



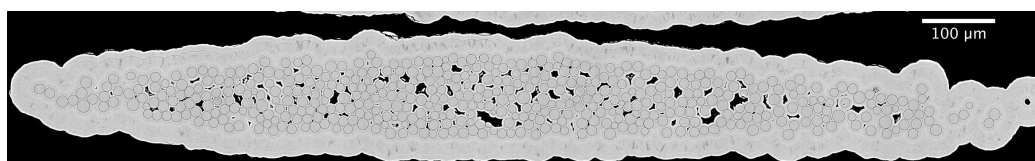
(c) Toron 3



(d) Toron 4



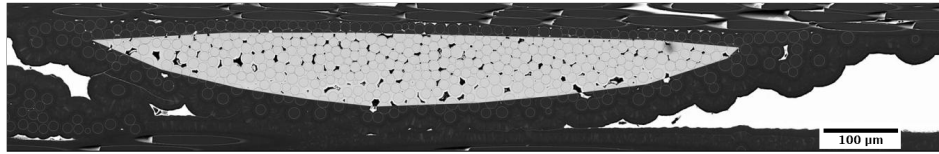
(e) Toron 5



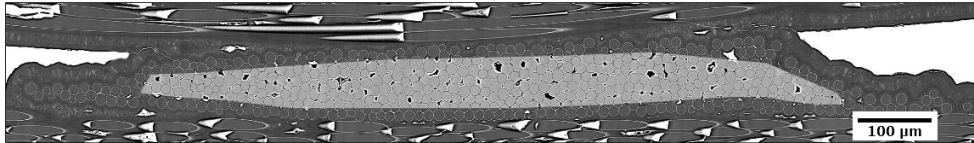
(f) Toron 6

Figure B.6 – Images des six torons analysés (MEB-FEG)

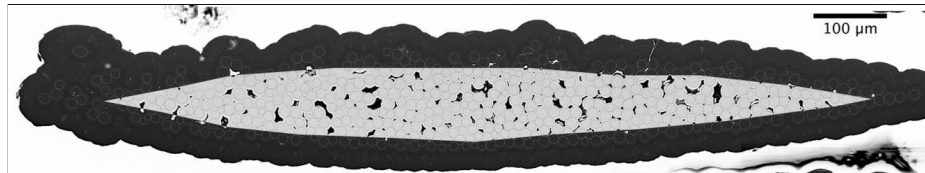
B.2 Zones d'analyse



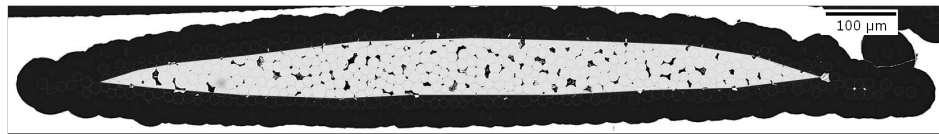
(a) Toron 1



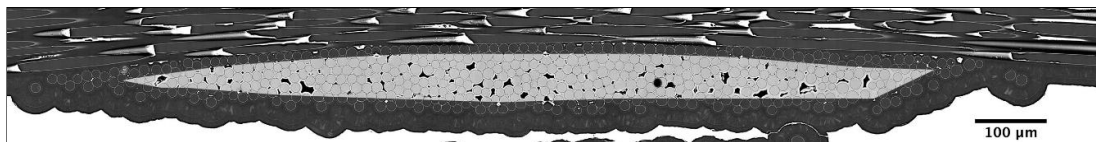
(b) Toron 2



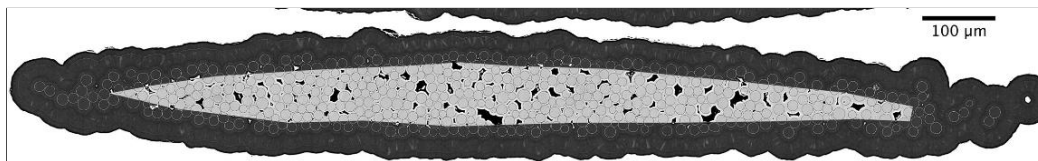
(c) Toron 3



(d) Toron 4



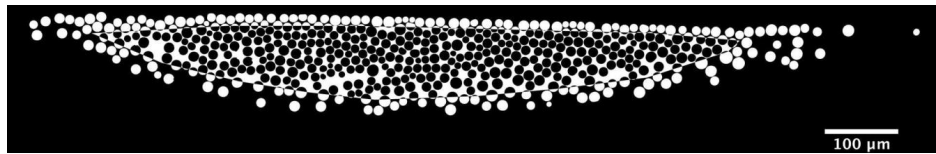
(e) Toron 5



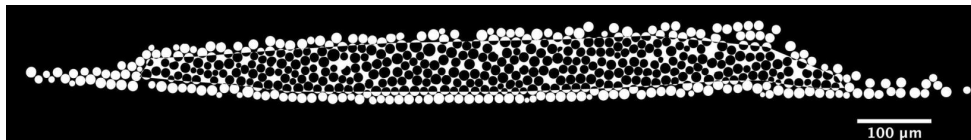
(f) Toron 6

Figure B.7 – Zones à coeur sélectionnées pour effectuer l'analyse microstructurale

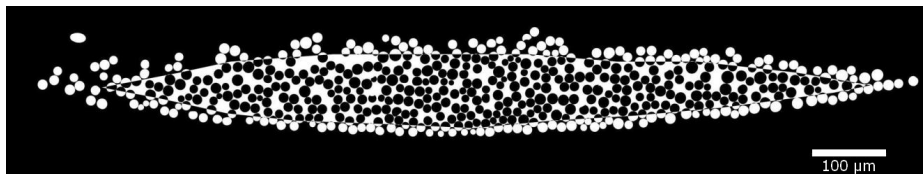
B.3 Extraction des fibres



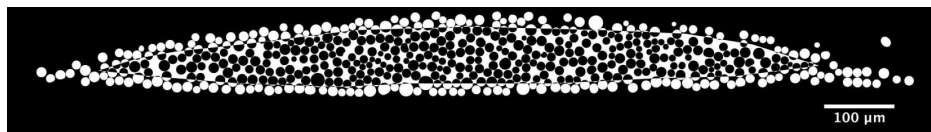
(a) Toron 1



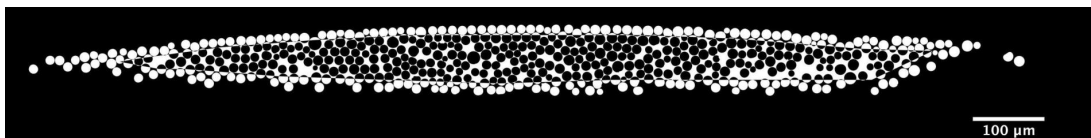
(b) Toron 2



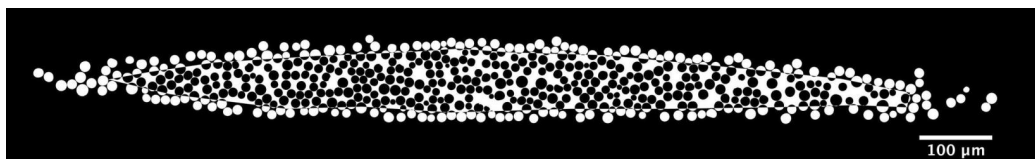
(c) Toron 3



(d) Toron 4



(e) Toron 5



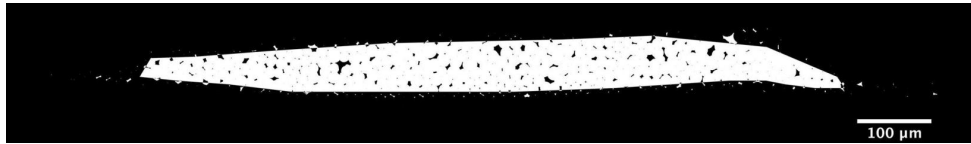
(f) Toron 6

Figure B.8 – Résultats de l'extraction des fibres (en distinguant la zone d'analyse)

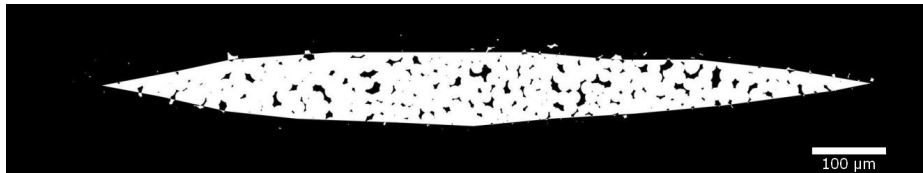
B.4 Extraction des pores



(a) Toron 1



(b) Toron 2



(c) Toron 3



(d) Toron 4



(e) Toron 5



(f) Toron 6

Figure B.9 – Résultats de l'extraction des pores (en distinguant la zone d'analyse)

C SENSIBILITÉ AU MAILLAGE

Nous proposons dans cette annexe d'évaluer la sensibilité au maillage des calculs de tenseurs de rigidité apparents effectués dans le chapitre 1. Pour ce faire, un VES de taille 4 ($\delta = 30$, voir tableau I.5 page 39) est maillé avec trois tailles caractéristiques d'élément distinctes (voir figure C.10) qui sont d'environ $0,5 \mu\text{m}$ (maillage très fin), $1 \mu\text{m}$ (maillage utilisé chapitre 1) et $1,5 \mu\text{m}$ (maillage grossier).

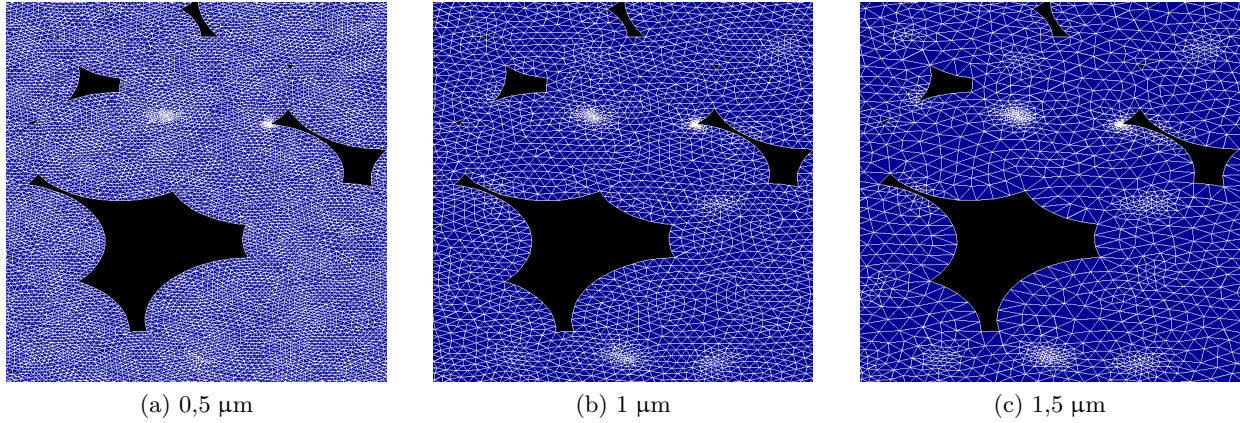


Figure C.10 – Tailles caractéristiques d'élément testées pour étudier la sensibilité au maillage

Les coefficients (relatifs à l'isotropie transverse) du tenseur des rigidités apparent K^{app} déterminé pour des conditions aux limites périodiques et les trois maillages sont rassemblés tableau VII.6. Nous constatons qu'il existe un impact du maillage mais que celui reste cependant très faible. Les écarts entre les coefficients issus du maillage utilisé (taille caractéristique $1 \mu\text{m}$) et le maillage le plus fin ou le maillage le plus grossier sont inférieurs à 2%.

Notons cependant que nous n'observons pas de convergence en diminuant la taille caractéristique des éléments. Comme nous l'avons vu chapitre 1 (§I.3.6.2), la fraction volumique de porosité a un fort impact sur le comportement élastique de cette microstructure. Or la finesse du maillage a un effet direct sur la fraction de porosité finale du VES maillé. Cet effet est minime, puisque pour le VES étudié d'une fraction de porosité de 6,59% (déterminée sur la microstructure non maillée), les maillages étudiés donnent des fractions de 6,61%, 6,65% et 6,71% en allant du maillage le plus fin au maillage le plus grossier.

L'impact de cette légère différence porosité sur K_{11} est évalué grâce aux résultats obtenus chapitre 1 (§I.3.6.2) qui donnent l'évolution des coefficients moyens en fonction de la fraction de porosité. Nous considérons un seul type de maillage (taille caractéristique de $1 \mu\text{m}$) et évaluons K_{11} pour les fractions de porosités obtenues pour les maillages fin ($0,5 \mu\text{m}$) et grossier ($1,5 \mu\text{m}$), en supposant que l'évolution de K_{11} en fonction de la fraction de porosité est linéaire et de même pente que celle déterminée pour le comportement moyen (voir figure I.36b page 53). K_{11} est ainsi évalué à 284 GPa pour 6,61% de porosité (équivalente au maillage le plus fin) et à 286 GPa pour 6,67% de porosité (équivalente au maillage le plus grossier).

Pour conclure, l'impact du maillage est faible et est en partie dû aux variations de la fraction de porosité résultante. La taille caractéristique d'élément intermédiaire ($1 \mu\text{m}$) permet de limiter cet impact, en évitant les lourdeurs de calcul engendrées par un maillage très fin. Les histogrammes de contraintes locales (représentés pour la contrainte σ_{11} dans les fibres et dans la matrice figure C.11) pour le maillage retenu sont également très proches de ceux obtenus avec le maillage le plus fin.

Remarque La sensibilité du maillage a également été étudiée en conditions aux limites en déformation homogène. Les écarts entre coefficients par rapport au maillage intermédiaire sont un peu plus marqués qu'en CLP mais restent inférieurs à 2%.

l	K_{11}	K_{22}	K_{33}	K_{44}	K_{55}	K_{66}	K_{12}	K_{13}	K_{23}
0,5 μm [GPa]	281	252	367	208	253	238	58	61	56
1 μm [GPa]	285	256	367	211	254	239	58	62	56
1,5 μm [GPa]	289	260	367	215	256	241	59	63	57

Tableau VII.6 – Coefficients des tenseurs K^{app} obtenus avec des maillages formés d'éléments finis de tailles caractéristiques l distinctes (en CLP)

l	K_{11}	K_{22}	K_{33}	K_{44}	K_{55}	K_{66}	K_{12}	K_{13}	K_{23}
0,5 μm [%]	1,4	1,56	0	1,42	0,39	0,42	0	1,61	0
1,5 μm [%]	1,4	1,56	0	1,9	0,79	0,84	1,72	1,61	1,79

Tableau VII.7 – Ecart des coefficients par rapport au maillage formé d'éléments finis de taille caractéristique l d'environ 1 μm (en CLP)

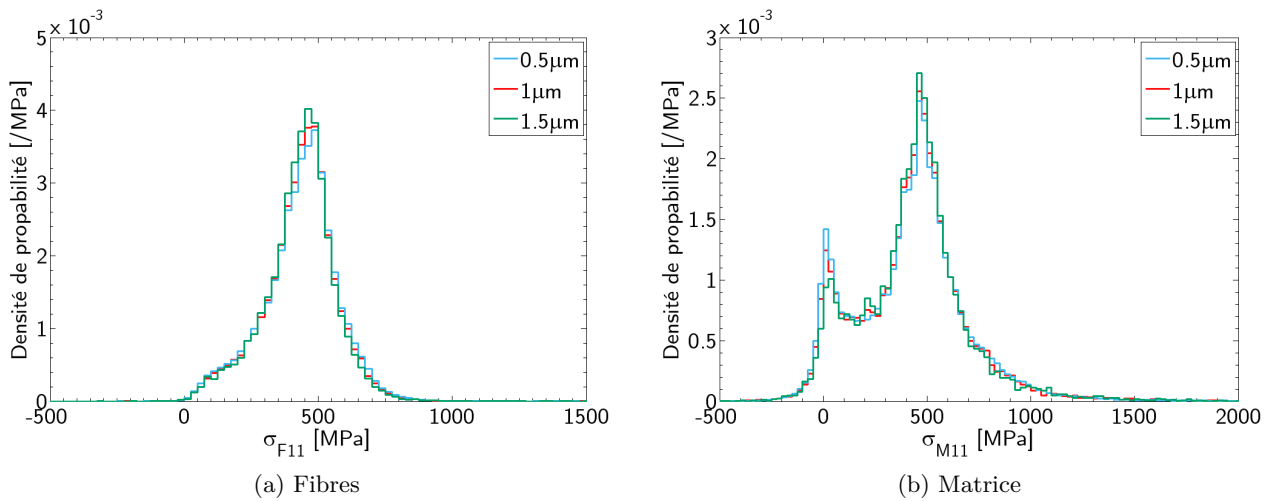


Figure C.11 – Effets de la taille caractéristique des éléments sur les histogrammes de contraintes locales (étude de σ_{11} pour une sollicitation dans la direction 1 de 400 MPa)

D EVALUATION DE L'OUVERTURE DE FISSURE PAR CORRÉLATION 3D

Cette annexe présente les méthodes testées pour évaluer, dans le volume, l'ouverture des fissures matricielles observées en tomographie (voir chapitre II, §II.2.3.1). L'estimation de l'ouverture est fondée sur la mesure de la distance entre deux points, appartenant à la matrice, situés de part et d'autre de la fissure considérée et dont les positions sont déterminées à chaque chargement par corrélation d'image 3D.

D.1 Définitions et sélection des points de corrélation

Nous nous intéressons ici à la fissure 2 observée à six paliers de chargement successifs (figure II.18 p.80). Pour rappel, les phases caractéristiques de propagation de cette fissure ont été observées aux chargements suivants :

- 50 N : fissure amorcée sur une petite zone périphérique de la section du minicomposite,
- 68 N : fissure propagée sur toute la périphérie de la section,
- 80 N : fissure traversant totalement la section.

Compte-tenu de la faible taille de la zone fissurée à 50 N, nous considérerons que la fissure est complètement fermée à ce chargement, *i.e.* que son ouverture est nulle en tout point de la section. L'estimation de l'ouverture à chaque niveau de chargement est donc effectuée à partir de l'état de référence à 50 N.

La forme hélicoïdale de la fissure, la présence de franges de diffraction dans les zones fissurées (pour les images en absorption) et les faibles variations de contraste dans la direction des fibres z empêchent l'utilisation d'une grille régulière pour déterminer, par corrélation d'image, la position des points dans les images aux chargements supérieurs.

De plus, comme il n'est pas possible de définir l'orientation locale de la fissure, nous supposons que la fissure s'ouvre selon la direction z (direction des fibres), normale au plan de fissure. Nous définissons alors l'ouverture au chargement F au point M_0 de la fissure de coordonnées (x_0, y_0, z_0) ¹ par :

$$v(M_0, F) = \left(\overrightarrow{A_F B_F} - \overrightarrow{A_0 B_0} \right) \cdot \vec{e}_z \quad (\text{D.1})$$

A_0 et B_0 sont les points dans l'image de référence situés respectivement en-dessous et au dessus de M_0 et de coordonnées respectives $(x_0, y_0, z_0 - H)$ et $(x_0, y_0, z_0 + H)$. Les coordonnées (x_A, y_A, z_A) et (x_B, y_B, z_B) des points A_F et B_F sont déterminées par corrélation 3D² [Bay99, Bor04] dans l'image au chargement F . La hauteur H positionnant les points initiaux A_0 et B_0 est définie à partir de la longueur du domaine de corrélation D_z dans la direction z et d'une distance fixe d_0 pour limiter l'impact des franges de diffraction :

$$H = \frac{D_z}{2} + d_0 \quad (\text{D.2})$$

1. (x_0, y_0, z_0) sont déterminés par la procédure de détection présentée au chapitre II (à 92 N).

2. Nous utilisons le logiciel de corrélation CMV-3D. L'appariement des points entre image de référence et image déformée est effectué avec une précision subvoxel.

Remarque : Cette définition de l'ouverture peut être sensible à des mouvements de corps rigide (rotation par exemple) qui ne sont pas pris en compte. La définition de l'ouverture à partir d'une différence des distances (équation D.3), en supposant que le déplacement des lèvres de la fissure est essentiellement normal, permet de s'en affranchir. Il a été vérifié que, dans notre cas, les différences obtenues avec l'une ou l'autre des définitions sont négligeables.

$$v(M_0, F) = \left\| \overrightarrow{A_F B_F} \right\| - \left\| \overrightarrow{A_0 B_0} \right\| \quad (\text{D.3})$$

Afin d'optimiser la corrélation, *i.e.* de minimiser le coefficient de corrélation, les points de corrélation de référence sont choisis de manière à maximiser l'intégrale I sur le domaine de corrélation \mathcal{D} centré sur les points de corrélation A et B :

$$\underline{I} = \int_{\mathcal{D}} \nabla g \otimes \nabla g(\mathbf{x}) \, d\mathbf{x} \quad (\text{D.4})$$

où g désigne la fonction des niveaux de gris. En effet, I permet de mesurer la sensibilité de la corrélation au gradient local de l'image [Rou06, Wan09b].

Or, les images étudiées présentent des variations de niveaux de gris importantes dans le plan transverse (directions x et y). Au contraire, le gradient des niveaux de gris dans la direction axiale z est beaucoup plus faible, la microstructure n'évoluant pratiquement pas, ou très lentement, dans cette direction. Nous cherchons de plus à mesurer le déplacement selon z . Nous privilégions donc des points de corrélation présentant les valeurs les plus élevées de I_z où :

$$I_z = \int_{\mathcal{D}} \left(\frac{\partial g}{\partial z} \right)^2 \quad (\text{D.5})$$

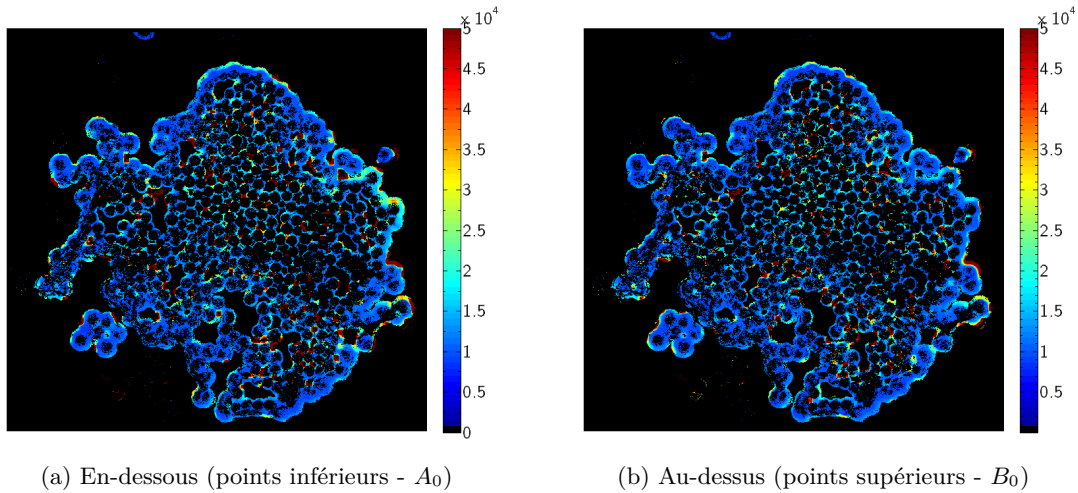


Figure D.12 – Cartographies de I_z pour l'ensemble des points situés de part et d'autre de la fissure (image en contraste d'absorption à la deuxième distance d'acquisition)

Dans le cas présenté ici, nous choisissons un domaine de corrélation de dimensions $D_x = D_y = 20$ voxels (côtés dans les directions x et y de \mathcal{D}) et $D_z = 40$, avec $d_0=5$ voxels (avec 1 voxel= $0,28 \, \mu\text{m}^3$). Notons qu'augmenter D_z favorise une bonne corrélation dans la direction z , mais éloigne le point de

corrélacion de la fissure. La figure D.12 présente l'évolution de I_z^1 pour l'ensemble des points A_0 et B_0 définissables à partir des résultats de la détection de fissure. Ces cartographies mettent en évidence des zones de fort gradient, correspondant généralement à des variations localisées de l'épaisseur de matrice.

I_z a été estimée à partir des images en contraste d'absorption (figure D.12) et en holotomographie, et présentent des valeurs environ deux fois plus faibles en holotomographie. Nous privilégions donc les images en contraste d'absorption.

D.2 Points de corrélation inférieurs et supérieurs liés

La définition de l'ouverture (équation D.1) suppose que les points inférieurs et supérieurs A_0 et B_0 sont liés et que le déplacement est essentiellement normal, *i.e.* que leur position dans le plan transverse est identique. Les points de corrélation dans l'image de référence (à 50 N) ont donc été choisis dans les zones *communes* à gradient élevé pour les points supérieurs et inférieurs. Ainsi, les coordonnées x_0^* et y_0^* des points A_0^* et B_0^* choisis permettent de satisfaire $I_z(A_0^*) > I_0$ et $I_z(B_0^*) > I_0$, où I_0 est une valeur seuil fixée arbitrairement pour pouvoir définir plus d'une centaine de points répartis sur l'ensemble de la section du minicomposite ($I_0 = 1,9 \cdot 10^4$ ici).

La corrélation d'images a été effectuée, à partir des couples A_0^* et B_0^* ainsi définis, afin de déterminer les positions des points A_F^* et B_F^* correspondants pour tous les chargements (de 68 N à 92 N). L'ouverture en chaque point de corrélation est déduite directement de ces positions (définition D.1) :

$$v(M_0, F) = z_B^* - z_A^* - 2H \quad (\text{D.6})$$

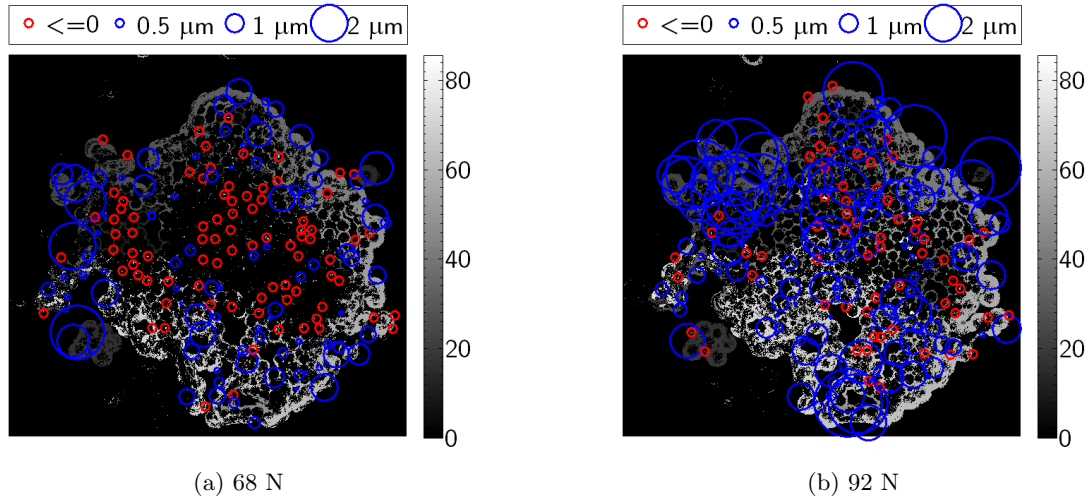


Figure D.13 – Ouvertures mesurées aux points de corrélation retenus à deux paliers de chargement distincts. Les ouvertures sont proportionnelles à la taille des cercles, et les cartographies en niveau de gris rappellent la position de la fissure en z à 92 N (en μm).

La figure D.13 présente les ouvertures obtenues à 68 N et 92 N en fonction de la position des

1. I_z a été déterminé numériquement après avoir évalué sur tout le volume le gradient lissé Δ_1 défini équation II.1 dans le chapitre II.

points de corrélation dans la section du minicomposite. Même si nous observons globalement une augmentation des ouvertures estimées, un nombre important de mesures se révèlent négatives (même à 92 N). Il est de plus difficile de dégager une cohérence globale sur les ouvertures en fonction de leur position dans la section. La figure D.14a montre en outre qu'il n'est pas possible de dégager une tendance globale pour l'évolution de l'ouverture estimée en fonction du chargement pour chaque point.

En revanche, l'évolution de l'ouverture moyenne (figure D.14b) est cohérente avec les ordres de grandeurs attendus et semble même présenter un "saut" correspondant à la propagation de la fissure de la périphérie vers le centre de la section (entre 74 N et 80 N).

Les fluctuations des mesures individuelles de l'ouverture ainsi qu'une grande quantité de mesures négatives montrent cependant que la précision de l'estimation (et donc de la corrélation) est trop faible pour obtenir des données quantitatives fiables.

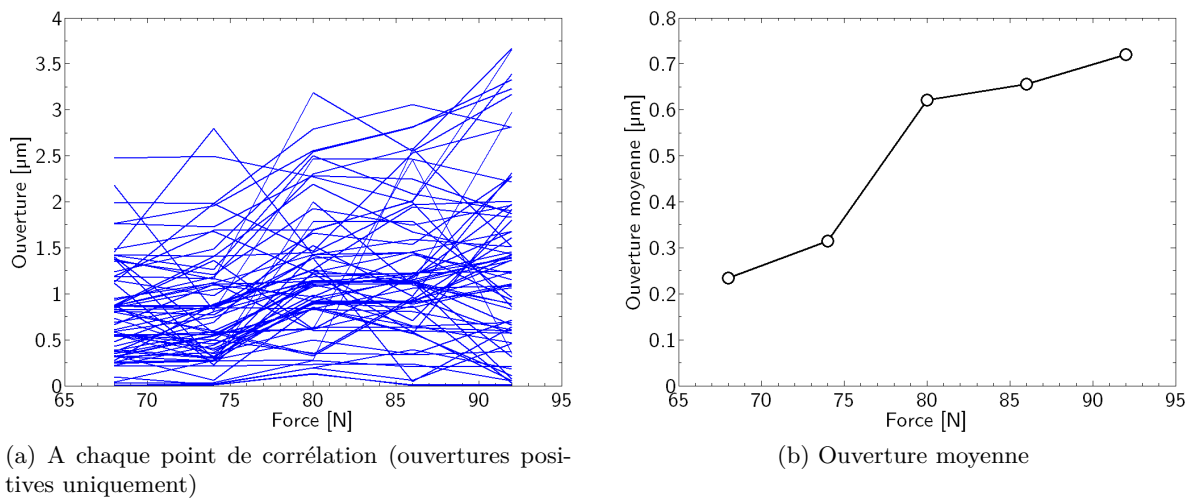


Figure D.14 – Evolution de l'ouverture mesurée en fonction du chargement appliqué

D.3 Points de corrélation inférieurs et supérieurs indépendants

L'utilisation de points de corrélation en vis à vis de part et d'autre de la fissure nécessite de considérer un seuil I_0 relativement faible par rapport aux valeurs les plus élevées de I_z . Pour que le critère de choix des points de corrélation soit plus élevé, nous proposons de désolidariser les points inférieurs A_0^* des points supérieurs B_0^* (ce qui permet de doubler le seuil I_0 et d'obtenir une centaine de points de part et d'autre de la fissure). Les positions correspondantes des points A_F^* et B_F^* déterminées par la corrélation d'image peuvent être exprimées à partir des déplacements \mathbf{u}_A^* et \mathbf{u}_B^* des points A_0^* et B_0^* :

$$A_F^* \left(x_0^* + u_{Ax}^*, y_0^* + u_{Ay}^*, z_0^* - H + u_{Az}^* \right); B_F^* \left(x_0^* + u_{Bx}^*, y_0^* + u_{By}^*, z_0^* + H + u_{Bz}^* \right) \quad (\text{D.7})$$

Les déplacements \mathbf{u}_A et \mathbf{u}_B pour les ensembles de points A_0 et B_0 en regard sont déterminés par interpolation linéaire de \mathbf{u}_A^* et \mathbf{u}_B^* dans le plan xy . L'ouverture est alors estimée en tout point M_0 à partir de l'équation D.1 qui s'écrit simplement :

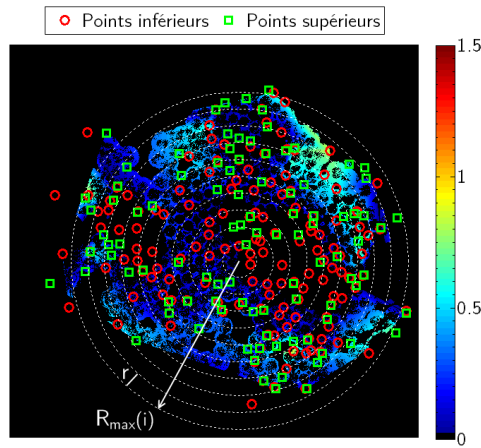
$$v(M_0, F) = u_{Bz} - u_{Az} \quad (\text{D.8})$$

L'estimation de l'ouverture obtenue par cette seconde méthode est présentée figure D.15. Les ordres de grandeur obtenus sont également cohérents avec les valeurs attendues ainsi que celles obtenues par la première méthode de mesure. Certaines zones présentent encore des ouvertures négatives, mais ces dernières semblent moins nombreuses qu'avec l'utilisation de la première méthode. Notons toutefois que certaines zones de la section ne sont décrites que par un nombre restreint de points de corrélation inférieurs (ou supérieurs). L'ouverture de la zone entière est donc fortement dépendante de la précision de la corrélation sur ces quelques points.

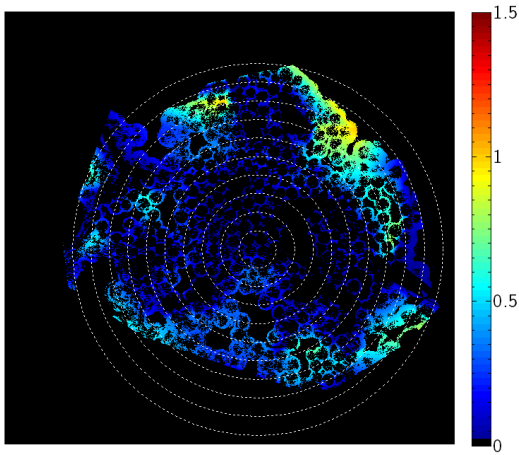
L'évolution de l'ouverture dans le plan transverse est caractérisé par l'ouverture moyenne calculée sur des couronnes \mathcal{C}_i emboîtées d'épaisseur constante r , de rayon externe $R_{max}(i)$ et de rayon interne $R_{max}(i-1)$ (voir figure D.15). La figure D.16a présente l'évolution de l'ouverture moyenne en fonction du rayon externe de la couronne considérée et du chargement. On observe alors que l'ouverture est légèrement plus importante en périphérie de la section pour les deux premiers pas de chargement. Pour les trois derniers paliers, cette tendance semble s'inverser. Mais nous observons surtout la forte augmentation de l'ouverture au centre de la section, cohérente avec la propagation de la fissure observée à partir de 80 N. L'évolution de l'ouverture moyenne globale, présentée sur la figure D.16 est semblable à celle obtenue par la première méthode (figure D.14), bien que les valeurs soit légèrement plus faibles, notamment pour les trois derniers paliers de chargement.

Les deux méthodes présentées ont également été mises en œuvre pour des domaines de corrélation plus grands ($D_x = D_y = D_z = 40$ voxels). Pour les deux méthodes, les tendances d'évolution de l'ouverture (en fonction du chargement et de la position) sont similaires. Nous observons cependant des disparités sur les valeurs de l'ouverture obtenue, l'ouverture moyenne étant par exemple plus faible (figure D.17).

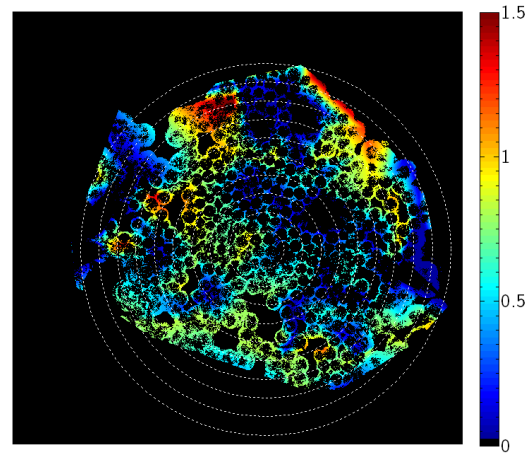
Pour résumer, les ordres de grandeur de l'ouverture évaluée par corrélation 3D sont cohérents avec les mesures effectuées par MEB. Cependant, certaines disparités mettent en évidence une incertitude trop importante pour la quantifier précisément, aussi bien en moyenne que dans le plan transverse. Les tendances observées montrent par contre une évolution notable de l'ouverture entre 74 N et 80 N. Ces résultats sont conformes aux observations de la propagation de la fissure issues de la procédure de détection.



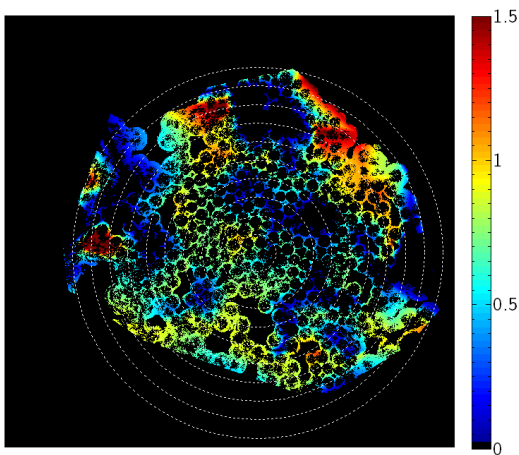
(a) 68 N



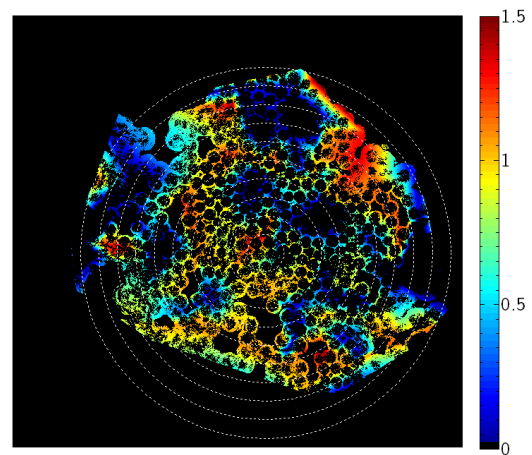
(b) 74 N



(c) 80 N

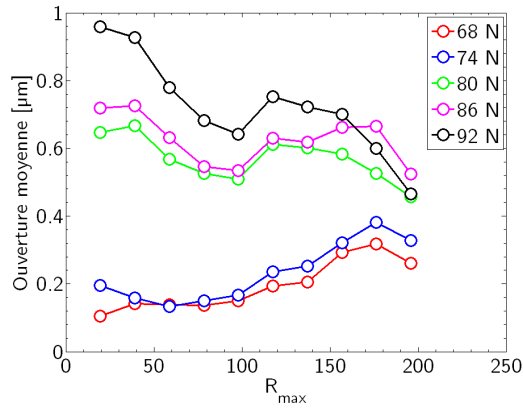


(d) 86 N

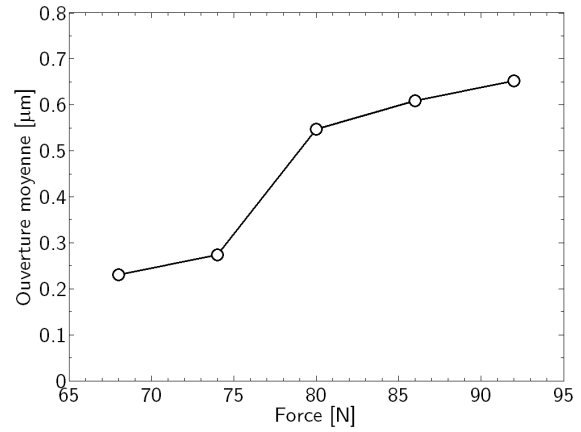


(e) 92 N

Figure D.15 – Ouverture issue des déplacements interpolés, aux différents paliers de chargement (en μm). Les points de corrélations inférieurs A_0^* et supérieurs B_0^* sont présentés en (a). Les couronnes de rayon externe R_{max} utilisées pour caractériser l'ouverture en fonction de la distance au centre, choisi visuellement pour être proche l'axe de l'hélice, sont également représentées (traits pointillés blancs).

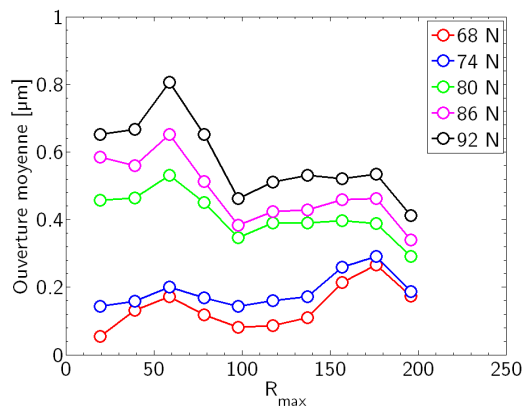


(a) Ouverture moyenne des points compris dans une couronne de rayon R_{max}

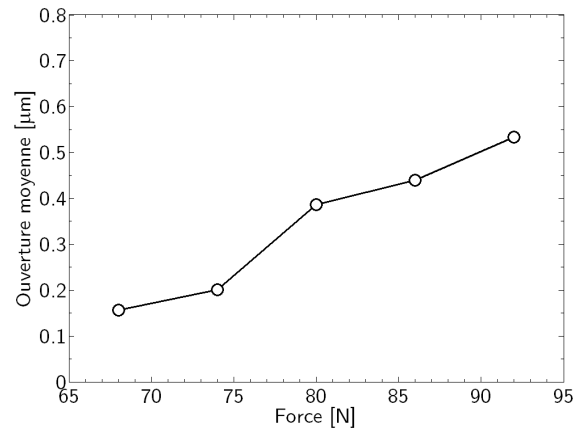


(b) Ouverture moyenne

Figure D.16 – Evolution de l'ouverture mesurée en fonction du chargement appliqué, pour $D_x = D_y = 20$ et $D_z = 40$



(a) Ouverture moyenne des points compris dans une couronne de rayon R_{max}



(b) Ouverture moyenne

Figure D.17 – Evolution de l'ouverture mesurée en fonction du chargement appliqué, pour $D_x = D_y = D_z = 40$

E COEFFICIENTS DU MODÈLE DE HUTCHINSON ET JENSEN

Le modèle de décohésion interfaciale décrit par HUTCHINSON et JENSEN [Hut90] est établi pour une matrice isotrope et une fibre isotrope transverse. Le modèle tient également compte d'une anisotropie thermique, où λ est le rapport entre la différence de déformation axiale ϵ_z^T et la différence de déformation radiale ϵ_r^T induites par les différences de coefficients de dilatation :

$$\lambda = \frac{\epsilon_r^T}{\epsilon_z^T} \quad (\text{E.9})$$

La différence de déformation axiale ϵ_z^T est notée simplement ϵ^T . Les grandeurs sans dimension a_i , b_i et c_i sont explicitées dans [Hut90] pour le cas de la fibre isotrope, avec $\nu_f = \nu_m = \nu$, en fonction des modules de Young de la fibre E_f et de la matrice E_m et des modules équivalents \bar{E} et E^* :

$$\begin{cases} \bar{E} = f E_f + (1 - f) E_m \\ E^* = (1 - f) E_f + f E_m \end{cases} \quad (\text{E.10})$$

Les coefficients a_i sont communs aux deux types de conditions aux limites, ainsi que les expressions générales des c_i :

$$\begin{cases} a_1 = \frac{E_f}{\bar{E}} \\ a_2 = \frac{E_f (1 - f) (2\nu\lambda + 1 - \nu + (1 + \nu) (E_f/\bar{E}))}{(1 + \nu) (E_f + (1 - 2\nu) \bar{E})} \\ a_3 = 0 \\ a_4 = \frac{E_f (1 - f) (\lambda + \nu)}{(1 + \nu) (E_f + (1 - 2\nu) \bar{E})} \\ a_5 = \frac{E_m}{\bar{E}} \\ a_6 = \frac{f E_f}{\bar{E}} \end{cases} \quad (\text{E.11})$$

$$\begin{cases} c_1 = \frac{(1 - f a_1) (b_2 + b_3)^{1/2}}{2f} \\ c_2 = \frac{a_2 (b_2 + b_3)^{1/3}}{2} \\ c_3 = \frac{\bar{E}}{E_m} \end{cases} \quad (\text{E.12})$$

Enfin, les coefficients b_i dépendent des conditions aux limites considérés.

Conditions aux limites de type I

$$\left\{ \begin{array}{l} b_1 = \frac{\nu \bar{E}}{(1 + \nu) E_f + (1 - \nu) \bar{E}} \\ b_2 = \frac{E_m (1 + \nu) (E_f + (1 - 2\nu) \bar{E})}{E_f ((1 + \nu) E_f + (1 - \nu) \bar{E})} \\ b_3 = \frac{f (1 + \nu) (E_f + (1 - 2\nu) \bar{E})}{(1 - f) ((1 + \nu) E_f + (1 - \nu) \bar{E})} \end{array} \right. \quad (\text{E.13})$$

Conditions aux limites de type II

$$\left\{ \begin{array}{l} b_1 = \frac{(1 - \nu^2) E^* + (1 - \nu)^2 E_m - (1 + \nu) [2 (1 - \nu)^2 E_f + (1 - 2\nu) (1 - \nu + f (1 + \nu)) (E_m - E_f)]}{2\nu (1 - \nu) [(1 + \nu) E^* + (1 - \nu) E_m]} \\ b_2 = \frac{E_m (1 + \nu) [2 (1 - \nu)^2 E_f + (1 - 2\nu) (1 - \nu + f (1 + \nu)) (E_m - E_f)]}{E_f (1 - \nu) [(1 + \nu) E^* + (1 - \nu) E_m]} \\ b_3 = \frac{f (1 + \nu) [(1 - f) (1 + \nu) (1 - 2\nu) (E_f - E_m) + 2 (1 - \nu)^2 E_m]}{(1 - f) (1 - \nu) [(1 + \nu) E^* + (1 - \nu) E_m]} \end{array} \right. \quad (\text{E.14})$$

Références

- [Acc96] M. L. ACCORSI, A. PEGORETTI et A. T. DIBENEDETTO, Dynamic analysis of fibre breakage in single-and multiple-fibre composites, *Journal of Materials Science*, 31(16), 4181–4187, 1996.
- [Ahn97] B. K. AHN et W. A. CURTIN, Strain and hysteresis by stochastic matrix cracking in ceramic matrix composites, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 45(2), 177–209, 1997.
- [AL01] S. MUCHARREIRA DE AZEREDO LOPES, Statistical analysis of particle distributions in composite materials, Thèse de doctorat, University of Sheffield, 2001.
- [Aro06] D. R. B. AROUSH, E. MAIRE, C. GAUTHIER, S. YOUSSEF, P. CLOETENS et H. D. WAGNER, A study of fracture of unidirectional composites using in situ high-resolution synchrotron X-ray microtomography, *Composites Science And Technology*, 66(10), 1348–1353, 2006.
- [Ave71] J. AVESTON, G. A. COOPER et A. KELLY, Single and multiple fracture, dans *Properties of Fibre Composites, Conference Proceedings*, tome 4, 15 – 26, National Physical Laboratory, IPC Science and Technology Press, 1971.
- [Axe95] M. AXELSEN, Quantitative description of the morphology and microdamages of composite materials, Thèse de doctorat, Aalborg University, 1995.
- [Bab01] L. BABOUT, E. MAIRE, J. Y. BUFFIERE et R. FOUGERES, Characterization by X-ray computed tomography of decohesion, porosity growth and coalescence in model metal matrix composites, *Acta Materialia*, 49(11), 2055–2063, 2001.
- [Bab04] L. BABOUT, E. MAIRE et R. FOUGERES, Damage initiation in model metallic materials : X-ray tomography and modelling, *Acta Materialia*, 52(8), 2475–2487, 2004.
- [Bam08] M. BAMFORD et C. COLIN, Comportement thermomécanique de matériaux composites SiC/SiC : premiers essais de traction à température ambiante, relations avec la microstructure, Document technique DMN/SRMA/LC2M/NT/2008-2966/A, CEA/LCTS, 2008.
- [Bax95] C. BAXEVANAKIS, D. JEULIN et J. RENARD, Fracture statistics of a unidirectional composite, *International Journal Of Fracture*, 73(2), 149–181, 1995.
- [Bay99] B. K. BAY, T. S. SMITH, D. P. FYHRIE et M. SAAD, Digital volume correlation : Three-dimensional strain mapping using X-ray tomography, *Experimental Mechanics*, 39(3), 217–226, 1999.
- [Ber99] S. BERTRAND, P. FORIO, R. PAILLER et J. LAMON, Hi-Nicalon/SiC minicomposites with (pyrocarbon/SiC)(n) nanoscale multilayered interphases, *Journal Of The American Ceramic Society*, 82(9), 2465–2473, 1999.
- [Ber01] S. BERTRAND, R. PAILLER et J. LAMON, SiC/SiC minicomposites with nanoscale multilayered fibre coatings, *Composites Science And Technology*, 61(3), 363–367, 2001.

- [Bey92] D. S. BEYERLE, S. M. SPEARING, F. W. ZOK et A. G. EVANS, Damage and failure in unidirectional ceramic-matrix composites, *Journal of the American Ceramic Society*, 75(10), 2719–2725, 1992.
- [Bey96] I. J. BEYERLEIN, S. L. PHOENIX et A. M. SASTRY, Comparison of shear-lag theory and continuum fracture mechanics for modeling fiber and matrix stresses in an elastic cracked composite lamina, *International Journal of Solids and Structures*, 33(18), 2543–2574, 1996.
- [Bor01] M. BORNERT, T. BRETHERAU et P. GILORMINI, *Homogénéisation en mécanique des matériaux*, tome 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques, Hermès Science, 2001.
- [Bor04] M. BORNERT, J. CHAIX, P. DOUMALIN, J. DUPRÉ, T. FOURNEL, D. JEULIN, E. MAIRE, M. MOREAUD et H. MOULINEC, Mesure tridimensionnelle de champs cinématiques par imagerie volumique pour l'analyse des matériaux et des structures, *Instrumentation, Mesure, Métrologie*, 4(3-4), 43–88, 2004.
- [Bow97] A. BOWMAN et A. AZZALINI, *Applied Smoothing Techniques for Data Analysis*, New York : Oxford University Press, 1997.
- [Bre06] T. M. BREUNIG, J. H. KINNEY et S. R. STOCK, Microct (microtomography) quantification of microstructure related to macroscopic behaviour - part 2 - damage in SiC-Al monofilament composites tested in monotonic tension and fatigue, *Materials Science And Technology*, 22(9), 1059–1067, 2006.
- [Bru08] A. BRUSSON, C. SAUDER et A. MICHAUX, Mise au point de méthodes de caractérisations de minicomposites SiC/SiC pour les suivis post-irradiatoires, Rapport technique, CEA/DMN/SEMI/LM2E/NT/2008-030/A, 2008.
- [Bud95] B. BUDIANSKY, A. G. EVANS et J. W. HUTCHINSON, Fiber-matrix debonding effects on cracking in aligned fiber ceramic composites, *International Journal of Solids and Structures*, 32(3-4), 315–328, 1995.
- [Bue10] E. BUET, Rapport d'avancement de première année de thèse : Influence des caractéristiques de surface des renforts de type Hi-Nicalon S et Tyranno SA3 sur le comportement mécanique des composites SiC/SiC, Rapport technique DEN/DANS/DMN/SRMA/LTMEEx/NT/2010-3157/ A, CEA, 2010.
- [Buf06] J. Y. BUFFIERE, E. FERRIE, H. PROUDHON et W. LUDWIG, Three-dimensional visualisation of fatigue cracks in metals using high resolution synchrotron X-ray micro-tomography, *Materials Science And Technology*, 22(9), 1019–1024, 2006.
- [Bur03] V. A. BURYACHENKO, N. J. PAGANO, R. Y. KIM et J. E. SPOWART, Quantitative description and numerical simulation of random microstructures of composites and their effective elastic moduli, *International Journal Of Solids And Structures*, 40(1), 47–72, 2003.
- [Cal98] V. CALARD, Approches statistiques-probabilistes du comportement mécanique des composites à matrice céramique, Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, 1998.
- [Cal04] V. CALARD et J. LAMON, Failure of fiber bundles, *Composites Science and Technology*, 64(5), 701–710, 2004.
- [Cam00] G. CAMUS, Modelling of the mechanical behavior and damage processes of fibrous ceramic matrix composites : application to a 2-D SiC/SiC, *International Journal Of Solids And Structures*, 37(6), 919–942, 2000.
- [Cas10] E. CASTELIER, L. GÉLÉBART, C. LACOUR et C. LANTUÉJOUL, Three consistent approaches of the multiple cracking process in 1D composites, *Composites Science and Technology*, 70(15), 2146–2153, 2010.

- [Cha95] N. CHANDRA et C. R. ANANTH, Analysis of interfacial behavior in MMCs and IMCs by the use of thin-slice push-out tests, *Composites Science and Technology*, 54(1), 87–100, 1995.
- [Cha01] N. CHANDRA et H. GHONEM, Interfacial mechanics of push-out tests : theory and experiments, *Composites, part A*, 32(3-4), 575 – 584, 2001.
- [Cha02] J. L. CHABOCHE et J. F. MAIRE, A new micromechanics based CDM model and its application to CMC's, *Aerospace Science And Technology*, 6(2), 131–145, 2002.
- [Cha08] C. CHATEAU et L. GÉLÉBART, Rapport de stage de master : Approche multi-échelle du comportement mécanique des composites SiC/SiC, Document technique DMN/SRMA/LC2M/NT/2008-2968/A, CEA, 2008.
- [Cha10] C. CHATEAU, L. GÉLÉBART, M. BORNERT, J. CRÉPIN et D. CALDEMAISON, Multiscale approach of mechanical behaviour of SiC/SiC composites : elastic behaviour at the scale of the tow, *Technische Mechanik*, 30(1 - 3), 45 – 55, 2010.
- [Cla87] A. S. CLARKE et J. D. WILEY, Numerical-simulation of the dense random packing of a binary mixture of hard-spheres - amorphous metals, *Physical Review B*, 35(14), 7350–7356, 1987.
- [Clo97] P. CLOETENS, M. PATEYRONSALOME, J. Y. BUFFIERE, G. PEIX, J. BARUCHEL, F. PEYRIN et M. SCHLENKER, Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography, *Journal Of Applied Physics*, 81(9), 5878–5886, 1997.
- [Clo99] P. CLOETENS, W. LUDWIG, J. BARUCHEL, D. VAN DYCK, J. VAN LANDUYT, J. P. GUIGAY et M. SCHLENKER, Holotomography : Quantitative phase tomography with micrometer resolution using hard synchrotron radiation X rays, *Applied Physics Letters*, 75(19), 2912–2914, 1999.
- [Coc02] B. V. COCKERAM, Fracture strength of plate and tubular forms of monolithic silicon carbide produced by chemical vapor deposition, *Journal of the American Ceramic Society*, 85(3), 603–610, 2002.
- [Col08] C. COLIN et L. GÉLÉBART, Behaviours of SiC fibers and SiC CVI matrix, dans *13th European Congress on Composite Materials, Stockholm*, 2008.
- [Cos89] M. COSTER et J. CHERMANT, *Précis d'analyse d'images*, Les Presses du CNRS, 1989.
- [Cou08] G. COUÉGNAT, Approche multi-échelle du comportement mécanique de matériaux composites à renforts tissés, Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2008.
- [Cur91a] W. A. CURTIN, Exact theory of fiber fragmentation in a single-filament composite, *Journal of Materials Science*, 26(19), 5239–5253, 1991.
- [Cur91b] W. A. CURTIN, Theory of mechanical-properties of ceramic-matrix composites, *Journal of the American Ceramic Society*, 74(11), 2837–2845, 1991.
- [Cur93a] W. A. CURTIN, Fiber pull-out and strain localization in ceramic matrix composites, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41(1), 35–53, 1993.
- [Cur93b] W. A. CURTIN, Multiple matrix cracking in brittle matrix composites, *Acta Metallurgica Et Materialia*, 41(5), 1369–1377, 1993.
- [Cur93c] W. A. CURTIN, The tough to brittle transition in brittle matrix composites, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41(2), 217–245, 1993.
- [Cur98] W. A. CURTIN, B. K. AHN et N. TAKEDA, Modeling brittle and tough stress-strain behavior in unidirectional ceramic matrix composites, *Acta Materialia*, 46(10), 3409–3420, 1998.

- [Dan45] H. E. DANIELS, The statistical theory of the strength of bundles of threads .1., *Proceedings of the Royal Society of London Series A-mathematical and Physical Sciences*, 183(995), 405–435, 1945.
- [Dan93] S. DANCHAIWIT et D. K. SHETTY, Matrix cracking in ceramic-matrix composites, *Journal of the American Ceramic Society*, 76(10), 2497–2504, 1993.
- [DiB97] A. T. DiBENEDETTO et M. R. GURVICH, Statistical simulation of fiber fragmentation in a single-fiber composite, *Composites Science And Technology*, 57(5), 543–555, 1997.
- [Dom95] J. M. DOMERGUE, E. VAGAGGINI et A. G. EVANS, Relationships between hysteresis measurements and the constituent properties of ceramic-matrix composites .2. Experimental studies on unidirectional materials, *Journal Of The American Ceramic Society*, 78(10), 2721–2731, 1995.
- [Eva94a] A. G. EVANS, J. M. DOMERGUE et E. VAGAGGINI, Methodology for relating the tensile constitutive behavior of ceramic-matrix composites to constituent properties, *Journal Of The American Ceramic Society*, 77(6), 1425–1435, 1994.
- [Eva94b] A. G. EVANS et F. W. ZOK, The physics and mechanics of fiber-reinforced brittle-matrix composites, *Journal of Materials Science*, 29(15), 3857–3896, 1994.
- [EY09] J. EL YAGHOUBI, J. LAMON et J. BATSALE, Modélisation non linéaire des effets de l'endommagement sur les propriétés thermiques d'un CMC unidirectionnel, dans *Journées Annuelles du Groupe Français de la Céramique*, Toulouse, 2009.
- [Fal08] V. FALANGA, C. COLIN, L. GÉLÉBART et P. BONNAILLIE, Etude du comportement thermomécanique de fibres SiC à haute température : stabilité et plasticité, Document technique DMN/SRMA/LC2M/NT/2008-2970/A, CEA, 2008.
- [Fed80] J. FEDER, Random sequential adsorption, *Journal Of Theoretical Biology*, 87(2), 237–254, 1980.
- [Fel84] L. A. FELDKAMP, L. C. DAVIS et J. W. KRESS, Practical cone-beam algorithm, *Journal Of The Optical Society Of America A-Optics Image Science And Vision*, 1(6), 612–619, 1984.
- [Fer06] E. FERRIE, J. Y. BUFFIERE, W. LUDWIG, A. GRAVOUIL et L. EDWARDS, Fatigue crack propagation : In situ visualization using X-ray microtomography and 3D simulation using the extended finite element method, *Acta Materialia*, 54(4), 1111–1122, 2006.
- [Gel07] L. GELEBART, Homogénéisation numérique du comportement élastique des composites SiCf/SiC à l'échelle du toron, Document technique DMN/SRMA/LC2M/NT/2007-2856/A, CEA, 2007.
- [Gel09] L. GELEBART et C. COLIN, Effects of porosity on the elastic behaviour of CVI SiC/SiC composites, *Journal Of Nuclear Materials*, 386, 82–85, 2009.
- [Gel10] L. GELEBART, C. CHATEAU, M. BORNERT, J. CREPIN et E. BOLLER, X-ray tomographic characterization of the macroscopic porosity of chemical vapor infiltration SiC/SiC composites : Effects on the elastic behavior, *International Journal Of Applied Ceramic Technology*, 7(3), 348–360, 2010.
- [Gen10] M. GENET, Vers un matériau virtuel pour les composites céramiques, Thèse de doctorat, ENS Cachan, 2010.
- [Gho97a] S. GHOSH, Z. NOWAK et K. LEE, Quantitative characterization and modeling of composite microstructures by voronoi cells, *Acta Materialia*, 45(6), 2215–2234, 1997.
- [Gho97b] S. GHOSH, Z. NOWAK et K. LEE, Tessellation-based computational methods for the characterization and analysis of heterogeneous microstructures, *Composites Science And Technology*, 57(9-10), 1187–1210, 1997.

- [Gui96a] L. GUILLAUMAT et J. LAMON, Fracture statistics applied to modelling the non-linear stress-strain behavior in microcomposites : Influence of interfacial parameters, *International Journal Of Fracture*, 82(4), 297–316, 1996.
- [Gui96b] L. GUILLAUMAT et J. LAMON, Probabilistic-statistical simulation of the non-linear mechanical behavior of a woven SiC/SiC composite, *Composites Science And Technology*, 56(7), 803–808, 1996.
- [Guv99] A. GUVENILIR, T. M. BREUNIG, J. H. KINNEY et S. R. STOCK, New direct observations of crack closure processes in Al-Li 2090 T8E41, *Philosophical Transactions Of The Royal Society Of London Series A-Mathematical Physical And Engineering Sciences*, 357(1761), 2755–2775, 1999.
- [Haz94] S. HAZANOV et C. HUET, Order relationships for boundary-conditions effect in heterogeneous bodies smaller than the representative volume, *Journal Of The Mechanics And Physics Of Solids*, 42(12), 1995–2011, 1994.
- [Haz95] S. HAZANOV et M. AMIEUR, On overall properties of elastic heterogeneous bodies smaller than the representative volume, *International Journal Of Engineering Science*, 33(9), 1289–1301, 1995.
- [Haz98] S. HAZANOV, Hill condition and overall properties of composites, *Archive Of Applied Mechanics*, 68(6), 385–394, 1998.
- [He89] M. Y. HE et J. W. HUTCHINSON, Crack deflection at an interface between dissimilar elastic-materials, *International Journal of Solids and Structures*, 25(9), 1053–1067, 1989.
- [He93] M. Y. HE, A. G. EVANS et W. A. CURTIN, The ultimate tensile-strength of metal and ceramic matrix composites, *Acta Metallurgica Et Materialia*, 41(3), 871–878, 1993.
- [He94] M. Y. HE, B. X. WU, A. G. EVANS et J. W. HUTCHINSON, Inelastic strains due to matrix cracking in unidirectional fiber-reinforced composites, *Mechanics of Materials*, 18(3), 213–229, 1994.
- [He99] D. HE, N. N. EKERE et L. CAI, Computer simulation of random packing of unequal particles, *Physical Review E*, 60(6), 7098–7104, 1999.
- [Hed67] J. M. HEDGEPEETH et P. VAN DYKE, Local stress concentrations in imperfect filamentary composite materials, *Journal of Composite Materials*, 1(3), 294–309, 1967.
- [Hil94] F. HILD, J. M. DOMERGUE, F. A. LECKIE et A. G. EVANS, Tensile and flexural ultimate strength of fiber-reinforced ceramic-matrix composites, *International Journal of Solids and Structures*, 31(7), 1035–1045, 1994.
- [Hil97] F. HILD et P. FEILLARD, Ultimate strength properties of fiber-reinforced composites, *Reliability Engineering & System Safety*, 56(3), 225–235, 1997.
- [Hin86] E. L. HINRICHSSEN, J. FEDER et T. JOSSANG, Geometry of random sequential adsorption, *Journal Of Statistical Physics*, 44(5-6), 793–827, 1986.
- [Hsu92] C.-H. HSUEH, Interfacial debonding and fiber pull-out stresses of fiber-reinforced composites : VIII : The energy-based debonding criterion, *Materials Science and Engineering : A*, 159(1), 65–72, 1992.
- [Hue90] C. HUET, Application of variational concepts to size effects in elastic heterogeneous bodies, *Journal Of The Mechanics And Physics Of Solids*, 38(6), 813–841, 1990.
- [Hui95] C. Y. HUI, S. L. PHOENIX, M. IBNABDELJALIL et R. L. SMITH, An exact closed-form solution for fragmentation of weibull fibers in a single filament composite with applications to fiber-reinforced ceramics, *Journal Of The Mechanics And Physics Of Solids*, 43(10), 1551–1585, 1995.

- [Hui96] C. Y. HUI, S. L. PHOENIX et L. KOGAN, Analysis of fragmentation in the single filament composite : Roles of fiber strength distributions and exclusion zone models, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44(10), 1715–1737, 1996.
- [Hun09] Y. C. HUNG, J. A. BENNETT, F. A. GARCIA-PASTOR, M. DI MICHIEL, J. Y. BUFFIERE, T. J. A. DOEL, P. BOWEN et P. J. WITHERS, Fatigue crack growth and load redistribution in Ti/SiC composites observed in situ, *Acta Materialia*, 57(2), 590–599, 2009.
- [Hun10] N. HUN, L. BRISSONNEAU et F. REBILLAT, Oxidation of SiC/SiC composites in Gas fast reactors in operating conditions : Thermodynamic and experimental approaches, dans *HT-CMC 7 Conference, Bayreuth, Germany*, 2010.
- [Hut90] J. W. HUTCHINSON et H. M. JENSEN, Models of fiber debonding and pullout in brittle composites with friction, *Mechanics of Materials*, 9(2), 139–163, 1990.
- [Ibn95] M. IBNABDELJALIL et S. L. PHOENIX, Scalings in the statistical failure of brittle-matrix composites with discontinuous fibers .1. Analysis and monte-carlo simulations, *Acta Metallurgica Et Materialia*, 43(8), 2975–2983, 1995.
- [Ibn97] M. IBNABDELJALIL et W. A. CURTIN, Strength and reliability of fiber-reinforced composites : Localized load-sharing and associated size effects, *International Journal of Solids and Structures*, 34(21), 2649–2668, 1997.
- [Ism00] H. ISMAR, F. SCHRÖTER et F. STREICHER, Modeling and numerical simulation of the mechanical behavior of woven SiC/SiC regarding a three-dimensional unit cell, *Computational Materials Science*, 19(1-4), 320–328, 2000.
- [Jia02] M. JIANG, I. JASIUK et M. OSTOJA-STARZEWSKI, Apparent elastic and elastoplastic behavior of periodic composites, *International Journal Of Solids And Structures*, 39(1), 199–212, 2002.
- [Jod85] W. S. JODREY et E. M. TORY, Computer-simulation of close random packing of equal spheres, *Physical Review A*, 32(4), 2347–2351, 1985.
- [Jou08] S. JOUANNIGOT et J. LAMON, Mesure de l'intensité de la liaison interfaciale fibre/matrice par essais de push-out / push-back, application aux composites carbone-carbone, *Matériaux et Techniques*, 96(Hors Série), 115–120, 2008.
- [Jun93] T. JUNG, R. V. SUBRAMANIAN et V. S. MANORANJAN, Prediction of fiber strength at the critical length - a simulation theory and experimental-verification for bimodally distributed carbon-fiber strengths, *Journal of Materials Science*, 28(16), 4489–4496, 1993.
- [Kaf06] A. KAFLOU, Etude du comportement des interfaces et des interphases dans les composites à fibres et à matrices céramiques, Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2006.
- [Kan03] T. KANIT, S. FOREST, I. GALLIET, V. MOUNOURY et D. JEULIN, Determination of the size of the representative volume element for random composites : statistical and numerical approach, *International Journal Of Solids And Structures*, 40(13-14), 3647–3679, 2003.
- [Ker91] R. J. KERANS et T. A. PARTHASARATHY, Theoretical-analysis of the fiber pullout and pushout tests, *Journal of the American Ceramic Society*, 74(7), 1585–1596, 1991.
- [Lab07] J. C. LABICHE, O. MATHON, S. PASCARELLI, M. A. NEWTON, G. G. FERRE, C. CURFS, G. VAUGHAN, A. HOMS et D. F. CARREIRAS, Invited article : The fast readout low noise camera as a versatile X-ray detector for time resolved dispersive extended X-ray absorption fine structure and diffraction studies of dynamic problems in materials science, chemistry, and catalysis, *Review Of Scientific Instruments*, 78(9), 091301, 2007.
- [Lam95] J. LAMON, F. REBILLAT et A. G. EVANS, Microcomposite test procedure for evaluating the interface properties of ceramic-matrix composites, *Journal Of The American Ceramic Society*, 78(2), 401–405, 1995.

- [Lam01] J. LAMON, A micromechanics-based approach to the mechanical behavior of brittle-matrix composites, *Composites Science And Technology*, 61(15), 2259–2272, 2001.
- [Lam09] J. LAMON, Stochastic approach to multiple cracking in composite systems based on the extreme-values theory, *Composites Science And Technology*, 69(10), 1607–1614, 2009.
- [Lan08] M. LANGER, P. CLOETENS, J. P. GUIGAY et F. PEYRIN, Quantitative comparison of direct phase retrieval algorithms in in-line phase tomography, *Medical Physics*, 35(10), 4556–4566, 2008.
- [Lan10] M. LANGER, P. CLOETENS et F. PEYRIN, Regularization of phase retrieval with phase-attenuation duality prior for 3-D holotomography, *IEEE Transactions on Image Processing*, 19(9), 2428–2436, 2010.
- [Leb96] G. LEBRUN, Comportement thermomécanique et durée de vie de composites à matrice céramique : théorie et expérience, Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, 1996.
- [Lee98] S. B. LEE, S. R. STOCK, M. D. BUTTS, T. L. STARR, T. M. BREUNIG et J. H. KINNEY, Pore geometry in woven fiber structures : 0 degrees/90 degrees plain-weave cloth layup preform, *Journal Of Materials Research*, 13(5), 1209–1217, 1998.
- [Lis97a] N. LISSART et J. LAMON, Damage and failure in ceramic matrix minicomposites : Experimental study and model, *Acta Materialia*, 45(3), 1025–1044, 1997.
- [Lis97b] N. LISSART et J. LAMON, Statistical analysis of failure of SiC fibres in the presence of bimodal flaw populations, *Journal of Materials Science*, 32(22), 6107–6117, 1997.
- [Mai98] J. F. MAIRE et P. M. LESNE, An explicit damage model for the design of composites structures, *Composites Science And Technology*, 58(5), 773–778, 1998.
- [Mar84] D. B. MARSHALL, An indentation method for measuring matrix-fiber frictional stresses in ceramic composites, *Journal of the American Ceramic Society*, 67(12), C259–C260, 1984.
- [Mar85] D. B. MARSHALL, B. N. COX et A. G. EVANS, The mechanics of matrix cracking in brittle-matrix fiber composites, *Acta Metallurgica*, 33(11), 2013–2021, 1985.
- [Mar87] D. B. MARSHALL et W. C. OLIVER, Measurement of interfacial mechanical-properties in fiber-reinforced ceramic composites, *Journal of the American Ceramic Society*, 70(8), 542–548, 1987.
- [Mar88] D. B. MARSHALL et A. G. EVANS, The influence of residual stress on the toughness of reinforced brittle materials, *Materials forum*, 11, 304–312, 1988.
- [Mar92] D. B. MARSHALL, Analysis of fiber debonding and sliding experiments in brittle matrix composites, *Acta Metallurgica Et Materialia*, 40(3), 427–441, 1992.
- [Mat03] T. MATSUDA, N. OHNO, H. TANAKA et T. SHIMIZU, Effects of fiber distribution on elastic-viscoplastic behavior of long fiber-reinforced laminates, *International Journal Of Mechanical Sciences*, 45(10), 1583–1598, 2003.
- [Max10] M. MAXEL, Comportement de fibres SiC après traitements thermiques oxydant et/ou à haute température, Document technique DMN/SRMA/LC2M/NT/2010-3102/A, CEA, 2010.
- [Mcd03] S. A. MCDONALD, M. PREUSS, E. MAIRE, J. Y. BUFFIERE, P. M. MUMMERY et P. J. WITHERS, X-ray tomographic imaging of Ti/SiC composites, *Journal Of Microscopy*, 209, 102–112, 2003.
- [Mel08] A. R. MELRO, P. P. CAMANHO et S. T. PINHO, Generation of random distribution of fibres in long-fibre reinforced composites, *Composites Science And Technology*, 68(9), 2092–2102, 2008.

- [Mic03] A. MICHAUX, Amélioration de la durée de vie de composites à matrice céramique à renfort carbone, Thèse de doctorat, Université Bordeaux I, 2003.
- [Mic07] A. MICHAUX, C. SAUDER, G. CAMUS et R. PAILLER, Young's modulus, thermal expansion coefficient and fracture behavior of selected Si-B-C based carbides in the 20-1200 degrees C temperature range as derived from the behavior of carbon fiber reinforced microcomposites, *Journal of the European Ceramic Society*, 27(12), 3551–3560, 2007.
- [Mis09a] L. MISHNAEVSKY et P. BRØNDSTED, Micromechanical modeling of damage and fracture of unidirectional fiber reinforced composites : A review, *Computational Materials Science*, 44(4), 1351–1359, 2009.
- [Mis09b] L. MISHNAEVSKY et P. BRØNDSTED, Micromechanisms of damage in unidirectional fiber reinforced composites : 3D computational analysis, *Composites Science and Technology*, 69(7-8), 1036–1044, 2009.
- [Mof08] A. J. MOFFAT, P. WRIGHT, J. Y. BUFFIERE, I. SINCLAIR et S. M. SPEARING, Micromechanisms of damage in 0 degrees splits in a [90/0](s) composite material using synchrotron radiation computed tomography, *Scripta Materialia*, 59(10), 1043–1046, 2008.
- [Mon00] Y. MONERIE, Fissuration des matériaux composites : rôle de l'interface fibre/matrice, Thèse de doctorat, Université Aix-Marseille II, 2000.
- [Mor97] G. N. MORSCHER, Tensile stress rupture of SiCf/SiCm minicomposites with carbon and boron nitride interphases at elevated temperatures in air, *Journal Of The American Ceramic Society*, 80(8), 2029–2042, 1997.
- [Mor99a] G. N. MORSCHER, Modal acoustic emission of damage accumulation in a woven SiC/SiC composite, *Composites Science And Technology*, 59(5), 687–697, 1999.
- [Mor99b] G. N. MORSCHER et J. MARTINEZ-FERNANDEZ, Fiber effects on minicomposite mechanical properties for several silicon carbide fiber chemically vapor-infiltrated silicon carbide matrix systems, *Journal Of The American Ceramic Society*, 82(1), 145–155, 1999.
- [MR09] A. MORALES-RODRIGUEZ, P. REYNAUD, G. FANTOZZI, J. ADRIEN et E. MAIRE, Porosity analysis of long-fiber-reinforced ceramic matrix composites using X-ray tomography, *Scripta Materialia*, 60(6), 388–390, 2009.
- [Mul06] B. MULLER, F. PFRUNDER, L. CHIOCCA, N. D. RUSE et F. BECKMANN, Visualising complex morphology of fatigue cracks in voxel based 3D datasets, *Materials Science And Technology*, 22(9), 1038–1044, 2006.
- [Nas89] R. NASLAIN, F. LANGLAIS et R. FEDOU, The CVI-processing of ceramic matrix composites, *J. Phys. Colloques*, 50(C5), C5–191–C5–207, 1989.
- [Nas99] R. NASLAIN, J. LAMON, R. PAILLER, X. BOURRAT, A. GUETTE et F. LANGLAIS, Micro/minicomposites : a useful approach to the design and development of non-oxide CMCs, *Composites Part A-applied Science and Manufacturing*, 30(4), 537 – 547, 1999.
- [Neu93] J. M. NEUMEISTER, A constitutive law for continuous fiber-reinforced brittle-matrix composites with fiber fragmentation and stress recovery, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41(8), 1383–1404, 1993.
- [Nol93] G. T. NOLAN et P. E. KAVANAGH, Computer-simulation of random packings of spheres with log-normal distributions, *Powder Technology*, 76(3), 309–316, 1993.
- [Noz04] T. NOZAWA, Y. KATOH, L. SNEAD, T. HINOKI et A. KOHYAMA, Characterization of chemically vapor infiltrated silicon carbide composites reinforced by various high modulus fibers : II. tensile properties, *Fusion Materials (Semiannual Progress Report for Period Ending)*, 37, 17–22, 2004.

- [Oh06] J. OH, K. JIN et S. HA, Interfacial strain distribution of a unidirectional composite with randomly distributed fibers under transverse loading, *Journal of Composite Materials*, 40(9), 759–778, 2006.
- [OS98] M. OSTOJA-STARZEWSKI, Random field models of heterogeneous materials, *International Journal Of Solids And Structures*, 35(19), 2429–2455, 1998.
- [OS06] M. OSTOJA-STARZEWSKI, Material spatial randomness : From statistical to representative volume element, *Probabilistic Engineering Mechanics*, 21(2), 112–132, 2006.
- [Oza07] K. OZAWA, T. NOZAWA, Y. KATOH, T. HINOKI et A. KOHYAMA, Mechanical properties of advanced SiC/SiC composites after neutron irradiation, *Journal Of Nuclear Materials*, 367, 713–718, 2007.
- [Pah08a] D. PAHR et H. BÖHM, Assessment of mixed uniform boundary conditions for predicting the macroscopic mechanical behavior of composites material, dans *13th European Congress on Composite Materials, Stockholm*, 2008.
- [Pah08b] D. H. PAHR et P. K. ZYSSET, Influence of boundary conditions on computed apparent elastic properties of cancellous bone, *Biomechanics And Modeling In Mechanobiology*, 7(6), 463–476, 2008.
- [Par97] T. A. PARTHASARATHY et R. J. KERANS, Predicted effects of interfacial roughness on the behavior of selected ceramic composites, *Journal of the American Ceramic Society*, 80(8), 2043–2055, 1997.
- [Pen02] O. PENAS, Etude de composites SiC/SiBC à matrice multiséquencée en fatigue cyclique à hautes températures sous air, Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2002.
- [Pet01] H. PETERLIK et D. LOIDL, Bimodal strength distributions and flaw populations of ceramics and fibres, *Engineering Fracture Mechanics*, 68(3), 253–261, 2001.
- [Pho92] S. L. PHOENIX et R. RAJ, Scalings in fracture probabilities for a brittle matrix fiber composite, *Acta Metallurgica Et Materialia*, 40(11), 2813–2828, 1992.
- [Pho93] S. L. PHOENIX, Statistical issues in the fracture of brittle-matrix fibrous composites, *Composites Science and Technology*, 48(1-4), 65–80, 1993.
- [Pho97] S. L. PHOENIX, M. IBNABDELJALIL et C. Y. HUI, Size effects in the distribution for strength of brittle matrix fibrous composites, *International Journal of Solids and Structures*, 34(5), 545–568, 1997.
- [Pie06] L. PIERQUET, L. GÉLÉBART, T. COZZIKA, S. DOROT, J. PELÉ, F. ONIMUS, D. HAMON, L. GOSMAIN, H. MARTIN et P. BONNAILLIE, Caractérisations mécaniques et microstructurales de fibres de SiC pour le développement de nouveaux matériaux des centrales nucléaires de 4ème génération, Document technique DMN/SRMA/LC2M/NT/2006-2791/A, CEA, 2006.
- [Pin10] P. PINEAU, Essais virtuels et modèle statistique de multifissuration transverse des fils dans les composites tissés à matrice céramique, Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2010.
- [Piq92] N. PIQUENOT, Etude du rôle des interfaces et interphase dans le comportement à la rupture de microcomposites unidirectionnels à matrice fragile, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, 1992.
- [Plu96] P. PLUVINAGE, A. PARVIZI MAJIDI et T. W. CHOU, Damage characterization of two-dimensional woven and three-dimensional braided SiC-SiC composites, *Journal Of Materials Science*, 31(1), 232–241, 1996.
- [Pyr94a] R. PYRZ, Correlation of microstructure variability and local stress-field in 2-phase materials, *Materials Science And Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure And Processing*, 177(1-2), 253–259, 1994.

- [Pyr94b] R. PYRZ, Quantitative description of the microstructure of composites .1. morphology of unidirectional composite systems, *Composites Science And Technology*, 50(2), 197–208, 1994.
- [Reb98] F. REBILLAT, J. LAMON, R. NASLAIN, E. LARA-CURZIO, M. K. FERBER et T. M. BESMANN, Interfacial bond strength in SiC/C/SiC composite materials, as studied by single-fiber push-out tests, *Journal of the American Ceramic Society*, 81(4), 965–978, 1998.
- [Rin97] M. D. RINTOUL et S. TORQUATO, Reconstruction of the structure of dispersions, *Journal Of Colloid And Interface Science*, 186(2), 467–476, 1997.
- [Rip77] B. D. RIPLEY, Modelling spatial patterns, *Journal of the Royal Statistical Society. Series B (Methodological)*, 39(2), 172–212, 1977.
- [Rou06] S. ROUX et F. HILD, Stress intensity factor measurements from digital image correlation : post-processing and integrated approaches, *International Journal of Fracture*, 140(1-4), 141–157, 2006.
- [Sak84] E. N. SAKHAROVA et A. S. OVCHINSKII, Influence of dynamic effects accompanying rupture of fibers and separation of fibers from the matrix on interaction between failure micromechanisms of composite materials, *Mechanics of Composite Materials*, 20(3), 323–327, 1984.
- [Sal03] L. SALVO, P. CLOETENS, E. MAIRE, S. ZABLER, J. J. BLANDIN, J. Y. BUFFIERE, W. LUDWIG, E. BOLLER, D. BELLET et C. JOSSEROND, X-ray micro-tomography an attractive characterisation technique in materials science, *Nuclear Instruments & Methods In Physics Research Section B-Beam Interactions With Materials And Atoms*, 200, 273–286, 2003.
- [Sau07] C. SAUDER et J. LAMON, Tensile creep behavior of SiC-based fibers with a low oxygen content, *Journal Of The American Ceramic Society*, 90(4), 1146–1156, 2007.
- [Sau09] C. SAUDER, A. BRUSSON et J. LAMON, Mechanical properties of Hi-Nicalon S and SA3 fiber reinforced SiC/SiC minicomposites, *Mechanical Properties and Processing of Ceramic Binary, ternary, and Composite Systems*, 29(2), 91–99, 2009.
- [Sau10] C. SAUDER, A. BRUSSON et J. LAMON, Influence of interface characteristics on the mechanical properties of Hi-Nicalon type-s or Tyranno-SA3 fiber-reinforced SiC/SiC minicomposites, *International Journal Of Applied Ceramic Technology*, 7(3), 291–303, 2010.
- [Sch05] P. J. SCHILLING, B. P. R. KAREDLA, A. K. TATIPARTHI, M. A. VERGES et P. D. HERRINGTON, X-ray computed microtomography of internal damage in fiber reinforced polymer matrix composites, *Composites Science And Technology*, 65(14), 2071–2078, 2005.
- [Seg02] J. SEGURADO et J. LLORCA, A numerical approximation to the elastic properties of sphere-reinforced composites, *Journal Of The Mechanics And Physics Of Solids*, 50(10), 2107–2121, 2002.
- [She88] D. K. SHETTY, Shear-lag analysis of fiber push-out (indentation) tests for estimating interfacial friction stress in ceramic-matrix composites, *Journal of the American Ceramic Society*, 71(2), C107–C109, 1988.
- [Sin05] R. SINCLAIR, M. PREUSS et P. J. WITHERS, Imaging and strain mapping fibre by fibre in the vicinity of a fatigue crack in a Ti/SiC fibre composite, *Materials Science And Technology*, 21(1), 27–34, 2005.
- [Sla93] W. S. SLAUGHTER, A self-consistent model for multifiber crack bridging, *International Journal of Solids and Structures*, 30(3), 385–398, 1993.
- [Sou98] C. SOUCHIER, Analyse d'images, *Les Techniques de l'Ingénieur*, P855, 1–15, 1998.
- [Spe93] S. M. SPEARING et F. W. ZOK, Stochastic aspects of matrix cracking in brittle-matrix composites, *Journal of Engineering Materials and Technology-transactions of the Asme*, 115(3), 314–318, 1993.

- [Sto08] S. R. STOCK, Recent advances in X-ray microtomography applied to materials, *International Materials Reviews*, 53(3), 129–181, 2008.
- [Tod03] H. TODA, I. SINCLAIR, J. Y. BUFFIERE, E. MAIRE, T. CONNOLLEY, M. JOYCE, K. H. KHOR et P. GREGSON, Assessment of the fatigue crack closure phenomenon in damage-tolerant aluminium alloy by in-situ high-resolution synchrotron X-ray microtomography, *Philosophical Magazine*, 83(21), 2429–2448, 2003.
- [Tor98] S. TORQUATO, Morphology and effective properties of disordered heterogeneous media, *International Journal Of Solids And Structures*, 35(19), 2385–2406, 1998.
- [Tor09] E. TORRES, Caractérisations mécaniques et microstructurales de minicomposites SiC/SiC : Modification de couplage fibre/matrice par modulation de l'interphase, Rapport technique, CEA , LCTS / Université Paris VII, Ecole Technique Supérieure du Laboratoire, 2009.
- [Tri05] D. TRIAS, Analysis and simulation of transverse random fracture of long fiber reinforced composites, Thèse de doctorat, Universitat de Girona, 2005.
- [Tri06a] D. TRIAS, J. COSTA, J. A. MAYUGO et J. E. HURTADO, Random models versus periodic models for fibre reinforced composites, *Computational Materials Science*, 38(2), 316–324, 2006.
- [Tri06b] D. TRIAS, J. COSTA, A. TURON et J. E. HURTADO, Determination of the critical size of a statistical representative volume element (srve) for carbon reinforced polymers, *Acta Materialia*, 54(13), 3471–3484, 2006.
- [Vag95] E. VAGAGGINI, J. M. DOMERGUE et A. G. EVANS, Relationships between hysteresis measurements and the constituent properties of ceramic-matrix composites .1. theory, *Journal of the American Ceramic Society*, 78(10), 2709–2720, 1995.
- [Vau10] T. VAUGHAN et C. MCCARTHY, A combined experimental-numerical approach for generating statistically equivalent fibre distributions for high strength laminated composite materials, *Composites Science and Technology*, 70(2), 291–297, 2010.
- [Vau11] T. VAUGHAN et C. MCCARTHY, Micromechanical modelling of the transverse damage behaviour in fibre reinforced composites, *Composites Science and Technology*, 71(3), 388–396, 2011.
- [Wad99] A. WADA et H. FUKUDA, Approximate upper and lower bounds for the strength of unidirectional composites, *Composites Science and Technology*, 59(1), 89–96, 1999.
- [Wag93] H. D. WAGNER et A. EITAN, Stress-concentration factors in 2-dimensional composites - effects of material and geometrical parameters, *Composites Science and Technology*, 46(4), 353–362, 1993.
- [Wag98] H. WAGNER, E. WIESEL et A. GREEN, Evidence of dynamic effects in the fragmentation of optical fibers in epoxy, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 29(8), 989–991, 1998.
- [Wal98] M. E. WALTER, Response of fiber reinforced ceramic matrix composites through computational modeling of damage, *Materials Science and Engineering A*, 249(1-2), 14–21, 1998.
- [Wan09a] H. W. WANG, H. W. ZHOU, L. MISHNAEVSKY, P. BRONSTED et L. N. WANG, Single fibre and multifibre unit cell analysis of strength and cracking of unidirectional composites, *Computational Materials Science*, 46(4), 810–820, 2009.
- [Wan09b] Y. Q. WANG, M. A. SUTTON, H. A. BRUCK et H. W. SCHREIER, Quantitative error assessment in pattern matching : Effects of intensity pattern noise, interpolation, strain and image contrast on motion measurements, *Strain*, 45(2), 160–178, 2009.
- [Wei51] W. WEIBULL, A statistical distribution function of wide applicability, *Journal of Applied Mechanics*, 18, 293 – 297, 1951.

- [Wei91] T. P. WEIHS et W. D. NIX, Experimental examination of the push-down technique for measuring the sliding resistance of silicon-carbide fibers in a ceramic matrix, *Journal of the American Ceramic Society*, 74(3), 524–534, 1991.
- [Wid66] B. WIDOM, Random sequential addition of hard spheres to a volume, *Journal Of Chemical Physics*, 44(10), 3888–&, 1966.
- [Wit06] P. J. WITHERS, J. BENNETT, Y. C. HUNG et M. PREUSS, Crack opening displacements during fatigue crack growth in Ti-SiC fibre metal matrix composites by X-ray tomography, *Materials Science And Technology*, 22(9), 1052–1058, 2006.
- [Won05] A. WONGSTO et S. LI, Micromechanical FE analysis of UD fibre-reinforced composites with fibres distributed at random over the transverse cross-section, *Composites Part A-Applied Science And Manufacturing*, 36(9), 1246–1266, 2005.
- [Yan96] A. YANG, C. T. MILLER et L. D. TURCOLIVER, Simulation of correlated and uncorrelated packing of random size spheres, *Physical Review E*, 53(2), 1516–1524, 1996.
- [Yin08] X. L. YIN, W. CHEN, A. TO, C. MCVEIGH et W. K. LIU, Statistical volume element method for predicting micro structure-constitutive property relations, *Computer Methods In Applied Mechanics And Engineering*, 197(43-44), 3516–3529, 2008.
- [Zem01] J. ZEMAN et M. SEJNOHA, Numerical evaluation of effective elastic properties of graphite fiber tow impregnated by polymer matrix, *Journal Of The Mechanics And Physics Of Solids*, 49(1), 69–90, 2001.
- [Zho95] S. ZHOU et W. CURTIN, Failure of fiber composites : A lattice green function model, *Acta Metallurgica et Materialia*, 43(8), 3093–3104, 1995.
- [Zin99] P. ZINCK, De la caractérisation micromécanique du vieillissement hydrothermique des interfaces polyépoxyde - fibre de verre au comportement du composite unidirectionnel. relations entre les échelles micro et macro., Thèse de doctorat, INSA Lyon, 1999.